3.10. – akustyka, badania metodami akustycznymi

W. Petrovskij, W. Kirilenko,
J. Raabe, E. Bobryk, J. Ranachowski

ZASTOSOWANIE EMISJI AKUSTYCZNEJ I PRZEWODNICTWA ELEKTRYCZNEGO W TRÓJPUNKTOWYM ZGINANIU TWORZYW CERAMICZNYCH

36/1993

P.269

Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN BIBLIOTEKA

WARSZAWA 1993

http://rcin.org.pl

ISSN 0208-5658

Praca wpłynęła do Redakcji dnia 16 listopada 1993 r.

Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN
BIBLIOTEKA
56655

IPPT PAN

Na prawach rękopisu

Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN
Nakład 100 egz. Ark.wyd. 3,70 Ark.druk. 4,60
Oddano do drukarni w listopadzie 1993 r.

Wydawnictwo Spółdzielcze sp. z o.o.
Warszawa, ul.Jasna 1

http://rcin.org.pl

W.Petrovskij
Instytut Problemów Materiałoznawstwa
AN Ukrainy

W.Kirilenko
Politechnika Kijowska

J.Raabe, E.Bobryk
Politechnika Warszawska

J.Ranachowski
Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN

ZASTOSOWANIE EMISJI AKUSTYCZNEJ I PRZEWODNICTWA ELEKTRYCZNEGO W TRÓJPUNKTOWYM ZGINANIU TWORZYW CERAMICZNYCH

S t r e s z c z e n i e

Artykuł przedstawia nową metodę badania własności mechanicznych ceramiki przez pomiar zmian jej własności elektrycznych. Celem badań jest uzyskanie nowej metody badań nieniszczących opartych na pomiarze przewodnictwa elektrycznego. Jako indykatora powstawania i wydłużania się mikropęknięć zastosowano emisję akustyczną do której odnoszono zmiany przewodnictwa elektrycznego.

Praca została wykonana w ramach Projektu Badawczego KBN
Nr 70761 91 01/P1.

http://rcin.org.pl

WPROWADZENIE

Problem zapewnienia wysokiej jakości produkcji jest szczególnie ważny dla państw, które z różnych przyczyn nie mają obecnie szerokiego dostępu do rynku światowego. Rozwiązaniu tego zagadnienia w znacznym stopniu sprzyja rozwój systemów i metod kontroli jakości. Maksymalną efektywność osiąga się przy tym, stosując kontrolę indywidualną (stu procentową). Jednak, kontrola indywidualna powinna a priori mieć charakter nieniszczący. Bezpośrednie wyznaczenie charakterystyk wytrzymałościowych jest niemożliwe, ponieważ wiąże się ze zniszczeniem badanego elementu. Stąd szczególnie ważne znaczenie praktyczne ma opracowanie pośrednich metod oceny charakterystyk wytrzymałościowych indywidualnych wyrobów na podstawie fizycznych lub częściej statystycznych modeli regresyjnych opracowanych na podstawie wyników badań nieniszczących. Stopień ogólności podobnych modeli, możliwość ich zastosowania do innych grup wyrobów niż te, dla których zostały opracowane, określa się przede wszystkim występowaniem oraz dokładnością opracowania podstaw teoretycznych wykorzystywanych związków pomiędzy badanymi własnościami fizycznymi.

Niniejsza praca jest poświęcona badaniom związków pomiędzy mechanicznymi naprężeniami i własnościami elektrycznymi materiałów ceramicznych i wykorzystania ich do prognozowania mechanicznej wytrzymałości doraźnej. Takie podejście opiera się na wiodącej roli defektów strukturalnych w przewodnictwie elektrycznym dielektryków. W pracy rozpatrzono krótko procesy powstawania defektów w kruchych materiałach podczas obciążania mechanicznego, zarówno na etapie zarodkowania, jak i w procesie rozprzestrzeniania się pęknięć. Rozpatrzono zagadnienie możliwych mechanizmów wpływu powstających defektów na przewodnictwo elektryczne. Wreszcie opisana została, zaproponowana przez autorów i zrealizowana, metodyka badania wpływu mechanicznych naprężeń na wielkość przewodnictwa elektrycznego. Przedstawiono uzyskane przy zastosowaniu tej metodyki wyniki i

http://rcin.org.pl

sposób ich obróbki. Zaproponowano prosty model regresyjny, umożliwiający prognozowanie doraźnej wytrzymałości mechanicznej. Przy interpretacji wyników pomiarów wykorzystano informacje o emisji akustycznej, otrzymywaną równocześnie z danymi przewodnictwa elektrycznego.

http://rcin.org.pl

1. PODSTAWY FIZYCZNE OCENY STANÓW NAPRĘŻONYCH W MATERIAŁACH CERAMICZNYCH.

1.1. Opis jakościowy zjawisk zachodzących podczas zniszczenia próbki spowodowanego fluktuacjami cieplnymi.

Synteza dowolnych materiałów ceramicznych jest związana z ich obróbką cieplną, prowadzącą do chemicznych reakcji składników. Niejednorodne rozmieszczenie składników w objętości wyrobu i różnica współczynników rozszerzalności cieplnej poszczególnych faz, prowadzi do tego, że w oddzielnych obszarach materiału występują warstwy, z których jedne są rozciągane, a drugie ściskane. W takim przypadku pojawiają się znaczne naprężenia wewnętrzne.

W warunkach rzeczywistych materiały pracują pod działaniem przyłożonych obciążeń, które mogą być statyczne bądź o zmiennym znaku.

Wiele materiałów, w tym i ceramiczne, podczas obciążenia statycznego ulegają zniszczeniu w czasie. Czas do zniszczenia zmniejsza się wraz ze zwiększeniem obciążenia i ze wzrostem temperatury. Wytrzymałość zmęczeniową przy obciążeniu statycznym można dobrze opisać przy pomocy teorii fluktuacji cieplnej.

Podstawą tej statystycznej teorii jest założenie, że proces zniszczenia można scharakteryzować określoną energią aktywacji, a wielkość bariery potencjału, pokonywanego wskutek energii drgań cieplnych, ulega obniżeniu wraz ze wzrostem przyłożonego naprężenia mechanicznego. Cały proces statycznego zniszczenia można podzielić na trzy etapy:

- wzbudzenie wiązań chemicznych przyłożonym naprężeniem,
- zniszczenie wiązań chemicznych w wyniku drgań cieplnych,
- powstanie niestabilności struktury przy osiągnięciu określonego stężenia zerwanych wiązań.

Zgodnie z teorią fluktuacji termicznej, czas do zniszczenia materiału podczas obciążenia statycznego σ wynosi:

http://rcin.org.pl

$$\tau = \tau_o \exp[(U_o - \gamma\sigma)/kT] \qquad (1.1)$$

gdzie: τ_0 - charakterystyczny czas, równy 10^{-13}s, odpowiadający co do rzędu wielkości okresowi drgań atomów i jonów ciała stałego, U_0 - energia aktywacji, bliska co do wielkości energii aktywacji rozkładu termicznego materiału; γ - współczynnik strukturalny, k - stała Boltzmanna; T - temperatura absolutna.

Podstawowe niedostatki teorii fluktuacji cieplnej są związane z koniecznością uwzględnienia rozdzielenia obciążenia pomiędzy niezniszczone wiązania międzyatomowe po rozerwaniu słabszych wiązań i relaksację naprężeń mechanicznych. Zupełnie nieokreślonym jest także kryterium zniszczenia. Pomijana jest bardzo istotna w rzeczywistości rola powstawania pęknięć i ich rozprzestrzeniania w kształtowaniu zachowania się materiału pod działaniem obciążenia mechanicznego. Zaniedbanie procesów rekombinacji powstających defektów nierównowagowych prowadzi do wyraźnie błędnego wniosku o konieczności czasu do zniszczenia materiału przy braku obciążenia mechanicznego.

1.2. Zniszczenie zmęczeniowe

Proces zniszczenia pod działaniem obciążeń o zmiennym znaku nazywa się zniszczeniem zmęczeniowym. Chociaż wewnętrzne składowe procesu (plastyczna deformacja, tworzenie mikropęknięć, rozprzestrzenianie głównego pęknięcia) w obu przypadkach (tj. podczas zniszczenia zmęczeniowego i statycznego) są prawie jednakowe, to występują między nimi zasadnicze różnice.

Zniszczenie zmęczeniowe przebiega z udziałem deformacji plastycznej, jednak skala jej jest niewielka w porównaniu z jej udziałem w zniszczeniu, wywołanym obciążeniem przyłożonym statycznie. Bardzo niebezpieczną cechą zniszczenia zmęczeniowego jest to, że zachodzi ono przy naprężeniach znacznie mniejszych od granicy wytrzymałości lub plastyczności. Specyfiką płynięcia

http://rcin.org.pl

plastycznego podczas zmęczenia jest jego koncentracja w mniejszej objętości niż przy obciążeniu statycznym.

Mechanizm deformacji plastycznej w obu przypadkach jest dyslokacyjny, jednak podczas zniszczenia zmęczeniowego powstaje ograniczona ilość rozszerzających się linii poślizgu, natomiast przed zniszczeniem pod działaniem statycznie przyłożonego obciążenia powstaje większa ilość linii poślizgu. Ogólną, podstawową prawidłowością zmęczenia jest duża niejednorodność wszystkich procesów zachodzących w przekroju próbki. Zmęczenie jest procesem, który wybiera najsłabsze ogniwa wytrzymałości i koncentruje na nich wszystkie swoje siły. Na przykład w materiale znajdują się wtrącenia, strukturalnie różne od osnowy. Przy wielocyklicznym obciążaniu deformacja plastyczna początkowo koncentruje się wokół wtrącenia i we wczesnych stadiach, kiedy materiał jest jeszcze "zdrowy", zarodkują się na wtrąceniu mikropęknięcia. Prowadzi to do tego, że wtrącenie "odrywa się" od osnowy, koncentracja naprężeń szybko wzrasta i prawdopodobieństwo występowania poślizgu i mikroniszczeń wokół wtrącenia znacznie wzrasta.

Jednak nie tylko w tym przypadku zniszczenie materiału sprowadza się do powstawania i rozwoju pęknięć. Takie podejście do wyjaśnienia zniszczenia kruchych materiałów jest najbardziej popularne. Dlatego rozpatrzymy fizyczny mechanizm zarodkowania mikroskopowych pęknięć, ich wzrostu i przechodzenia w stadium wzrostu lawinowego. Będziemy posługiwać się pojęciem szczeliny klinowatej z wierzchołkiem o grubości zbliżonej do odległości międzyatomowej, wprowadzonym przez P.A.Rebindera [9] i dotychczas nie kwestionowanym.

Wszystkie rodzaje pęknięć można najogólniej sprowadzić do dwóch rodzajów: pęknięcia idealnie kruche i pęknięcia dyslokacyjne.

Pierwszy rodzaj pęknięć powstaje dzięki mechanicznemu rozszczepieniu płaszczyzn krystalicznych; wiązania międzyatomowe ulegają zerwaniu jak gdyby bezpośrednio pod działaniem zewnętrznych sił mechanicznych - jedna płaszczyzna oddziela się od sąsiedniej.

http://rcin.org.pl

Charakterystyczną cechą takich pęknięć jest płynne zginanie powierzchni i schodzenie się ich w wierzchołku na jedną odległość międzyatomową.

Należy jednak zauważyć, że utworzenie trwałego pęknięcia w idealnej sieci krystalicznej jest niemożliwe; do tego konieczna jest deformacja plastyczna, zdolna do ustabilizowania mikropęknięcia. Takim "stabilizatorem" jest zwykle dyslokacja. Rozwój teorii dyslokacji pozwolił na ilościowe sformułowanie zagadnienia. Sedno zagadnienia polega na tym, że na najwcześniejszych stadiach plastycznej deformacji oddziaływanie dyslokacji prowadzi do powstawania mikropęknięć w skali atomowej.

Zaproponowano wiele mechanizmów dyslokacyjnych i są one bardzo różnorodne. Jako najbardziej prawdopodobne są następujące mechanizmy dyslokacyjnego zarodkowania pęknięć w materiałach pod obciążeniem mechanicznym:

- mechanizm łączenia się dyslokacji,
- mechanizm zahamowanego odkształcenia,
- mechanizm powstawania płaszczyzny poślizgu,
- mechanizm zarodkowania pęknięcia na przecięciu płaszczyzn poślizgu,
- powstawanie mikropęknięcia na brzegu subgranicy
- mechanizm Cottrella,
- powstawanie mikropęknięcia na powierzchni rozdziału.

Linie dyslokacyjne w fazie krystalicznej mogą mieć dowolny kształt i kierunek. Jednak najczęściej znajdują się one w płaszczyznach najgęstszego upakowania z dużymi odległościami międzypłaszczyznowymi. Wynikiem przechodzenia przez kryształ dyslokacji, leżącej w gęsto upakowanej płaszczyźnie, jest ścinanie z przemieszczeniem w określonym kierunku krystalograficznym.

Jeżeli w krysztale znajduje się półpłaszczyzna (płaszczyzna urywająca się w przestrzeni, niedokończona), a płaszczyzna poślizgu dyslokacji jest skierowana prostopadle do półpłaszczyzny, to po obu stronach płaszczyzny poślizgu zachodzi silne oddziaływanie między

http://rcin.org.pl

atomami.

Niech na krawędzi półpłaszczyzny znajduje się pojedynczy atom. W stanie wyjściowym znajduje się on między atomami dolnego i górnego rzędu. Przy przyłożeniu zewnętrznej siły atom ten nieznacznie się przemieszcza, na przykład w lewo. Wówczas dołącza on do atomów dolngo rzędu z lewej strony, odrywając się od poprzedniego sąsiada z góry. Półpłaszczyzna przestaje być półpłaszczyzną, a staje się nią druga, zaczynająca się od nowo pojawiającego się atomu z zerwanym wiązaniem. W ten sposób zachodzi przemieszczanie się defektu.

Mechanizm dyslokacyjnego powstawania pęknięcia na przecięciu się płaszczyzn poślizgu polega na połączeniu dwu półpłaszczyzn, które prowadzi do powstania pod krawędziami "atomów pustki" (wakancji), będących zarodkiem mikropęknięcia.

Rozpatrzymy jak zachodzi łączenie się półpłaszczyzn. Załóżmy, że mamy dwie dyslokacje brzegowe, które znajdują się w płaszczyźnie poślizgu i ich półpłaszczyzny leżą po jednej jej stronie. Przestrzeń wokół dyslokacji ulega deformacji. W miarę zbliżania się dyslokacji pod działaniem zewnętrznego ciśnienia, ich pola sprężyste zaczynają oddziaływać na siebie, zapobiegając dalszemu poślizgowi. Jeżeli w płaszczyźnie poślizgu znajduje się dużo dyslokacji, to naprężenia wokół takiego poślizgu mogą okazać się znacznymi. Przy zwiększeniu ciśnienia dyslokacje mogą przełamać działanie pola sprężystego i ulec połączeniu.

Realne łączenie się dyslokacji jest możliwe w zespołach 200-500 dyslokacji, ograniczonych w poruszaniu się w jedną stronę. Ograniczenie ich ruchu może występować na barierach, którymi mogą być granice ziaren, obce wtrącenia znacznej długości, lub inne duże defekty. Jeżeli poślizg dyslokacji opiera się o barierę, to wzrasta wewnętrzne naprężenie, osiągając granicę wytrzymałości i pod kątem 70° do płaszczyzny poślizgu "wyrasta" pęknięcie.

Istnieje szereg czynników przeszkadzających powstawaniu pęknięć.

W monokrysztale gęstość dyslokacji jest rzędu $10^{5}cm^{-1}$, natomiast w polikrysztale wielkość ta wynosi $10^{9} \div 10^{11}cm^{-1}$. Przy

http://rcin.org.pl

takich gęstościach dyslokacja może swobodnie poruszać się w krysztale z szybkością do 20 m/s [2]. Przy większej ilości dyslokacji, mogą one przeplatać się między sobą i wskutek tego przeszkadzać sobie w ruchu. Efektem tego jest materiał krystaliczny doskonale odporny na deformację.

Dyslokacja wytwarza wokół siebie pole naprężeń sprężystych, które jak gdyby zassysa w siebie różne atomy. Powoduje to, że linia dyslokacji "pogrubia się" i rozpływa, a sama dyslokacja traci swoją ruchliwość. Splot związanych (nieruchomych) dyslokacji prowadzi do obniżenia plastyczności. Zmieniając gęstość dyslokacji można w szerokich granicach wpływać na zmianę wytrzymałości materiału.

Podczas dynamicznego obciążania zapas energii kinetycznej pomaga dyslokacji "przerwać się" poprzez sprężyste bariery, ograniczające inne dyslokacje. W wyniku tego przy znacznie mniejszej gęstości dyslokacji dochodzi do powstawania mikropęknięć.

Wzrost pęknięć podkrytycznych. Główną siłą napędową powolnego plastycznego wzrostu pęknięć jest deformacja plastyczna. Wzrost pęknięć rozpoczyna się od dwóch przecinających się płaszczyzn poślizgu, jeśli obszary i oddziaływania są dostatecznie bliskie powstającego pęknięcia. Potencjalnie możliwe mechanizmy pęknięć są mniej rozpracowane niż dyslokacyjne reakcje powstawania mikropęknięć. Głównymi z tych mechanizmów są mechanizmy Orowana, Parkera i Orłowa. Mechanizm Orowana uwzględnia oddzielną płaszczyznę poślizgu, która zbliżyła się do już istniejącego pęknięcia i dopełniających do zsuwających w pęknięcie dyslokacji. Prker rozpatrywał oddziaływanie z pęknięciem wiązek poślizgu, to jest utworów składających się z dużej ilości równoległych linii poślizgu. Orłow skomplikował zagadnienie, rozpatrując przesuwanie się pęknięcia podkrytycznego w bliskości barier, wytrzymujących pracę źródeł dyslokacji. Pozwoliło to wyjaśnić skokowe rozprzestrzenianie się pęknięć podczas najwcześniejszych stadiów ich istnienia.

W miarę wzrostu pęknięcia podkrytycznego zachodzi proces

http://rcin.org.pl

powstawania nowych pęknięć i wzrost głównego pęknięcia zachodzi pośród wielu drobnych. Prowadzi to do włączenia się jeszcze jednego mechanizmu - pochłaniania przez główne pęknięcie innych, małych pęknięć. Szybkość wzrostu pęknięcia w tym procesie nie przekracza $1 \cdot 10^{-5}$m/s. Związek pomiędzy wydzielającą się energią sprężystą σ, a energią powierzchniową dla naprężonego stanu płaskiego γ, charakteryzuje się zależnością Griffiths'a:

$$\sigma_o = \sqrt{2E\gamma/\pi l(1-\mu^2)} \qquad \sigma_o = \sqrt{2E\gamma/\pi l} = K/\sqrt{\pi l} \tag{1.2}$$

gdzie: l-długość pęknięcia, μ-współczynnik Poissona, K-współczynnik intensywności naprężeń, E-moduł Younga.

Po osiągnięciu przez pęknięcie wymiarów griffithsowskich, cała dopływająca energia jest pochłaniana przez pęknięcie, przy czym jej przyśpieszenie osiąga 10^{1}m/s^{1} i pęknięcie przechodzi w stadium wzrostu nadkrytycznego.

Wzrost pęknięć nadkrytycznych ma charakter nadstrukturalny. Podczas rozwijanych szybkości do 5000 m/s praktycznie wszystkie znane substancje stają się kruchymi. W tym stadium rozwoju pęknięć o szybkości i chararakterze ich rozwoju nie decydują strukturalne własności materiału, a jego własności makroskopowe: wytrzymałość, plastyczność, moduł sprężystości i in. Największa możliwa szybkość rozprzestrzeniania się pęknięć w ciele stałym określona jest wzorem:

$$v_{max} = \sqrt{2\pi E/k\rho(1-l_o/l)} \tag{1.3}$$

gdzie: ρ-gęstość materiału, E-moduł Younga, l_o-początkowa długość pęknięcia, l-długość pęknięcia przy danej szybkości, k-stała.

Dla $l \gg l_o$ $v_{max} = 0{,}38\sqrt{E/\rho}$.

Podane wzory oparte są na rozwiązaniach dla ośrodków przeciążonych . W przypadku rozprzestrzeniania się pęknięcia w próbkach o ograniczonych wymiarach, graniczna szybkość wynosi:

http://rcin.org.pl

$$v = v_{max} \cdot (1 - l_o/l) \qquad (1.4)$$

gdzie: v- aktualna szybkość.

Z przytoczonych wyrażeń wynika, że szybkość rozprzestrzeniania się pęknięcia zależy od jego długości. Przy przejściu pęknięcia w stan stabilny (tj. ze zbliżeniem się długości pęknięcia do długości griffithsowskiej), jej szybkość zbliża się do zera.

Pęknięcie rośnie w strumieniu fal sprężystych, załamujących się na nim. Nieprawdopodobna czułość szybkiego pęknięcia na lokalne zmiany pola sprężystego prowadzi do "rozgałęziania się" pęknięć. Przy szybkościach pęknięć około 0,6 $v_{[illegible]}$ energia sprężysta, idąca na kruche pękanie, jest tracona na kompensację energii powierzchniowej. Jeżeli przy zwykłym zniszczeniu powstają dwie powierzchnie, to przy rozgałęzieniu już 4, 6 lub więcej. Dlatego zapasy energii sprężystej w mikroobszarach materiału, przylegającego do pęknięcia, szybko się zużywają i pęknięcie traci szybkość lub zatrzymuje się. Potrzebny jest pewien czas, aby fale sprężyste przyniosły nowe porcje energii. Ilość cykli rozgałęziania jest nieograniczona, i dlatego wskutek ogromnych przyśpieszeń pęknięcie momentalnie nabiera szybkości. Powstawanie wtórnych pęknięć zawsze jest związana z zakrzywieniem pęknięcia głównego, a wewnętrzne naprężenia w materiale są stymulatorami rozgałęziania się.

W pracy [10] omawiane są procesy, powstające w próbkach przy rozprzestrzenianiu się głównych pęknięć w dwufazowych materiałach ceramicznych, dla których charakterystyczne jest zjawisko wzmocnienia. Podczas obciążania próbki, składającej się z dwu faz, w punkcie największego naprężenia powstaje pęknięcie. Pęknięcie to zaczyna poruszać się przez dwufazowy materiał do momentu, aż wokół niego nie zaczną powstawać mikropęknięcia, lub też proces obciążania ustanie. Takiego rodzaju procesy powstawania mikropęknięć w próbkach obserwuje się, na przykład, podczas wciskania w nie wgłębnika diamentowego. Możliwe jest zjawisko całkowitego rozszczepienia pęknięcia na drzewo mikropęknięć. Tak więc zamiast głównego pęknięcia pojawia się pole drobnych

http://rcin.org.pl

mikropęknięć. Podczas powstawania drobnych mikropęknięć zwiększają się wewnętrzne naprężenia, prowadzące do zamykania się głównego pęknięcia i proces jego rozprzestrzeniania się ustaje.

Wszystkie opisane procesy są możliwe wówczas, gdy mamy do czynienia z materiałem niejednorodnym, składającym się z matrycy i wtrąceń. Po obróbce termicznej wzrastają wewnętrzne naprężenia, związane ze zmianą objętości wtrącenia. Główne pęknięcie może zostać zahamowane przy spotkaniu z niejednorodnością i zacząć poruszać się w kierunku dogodniejszym energetycznie. Gęstość siatki pęknięć zależy od objętości cząstek wtrącenia, ich objętościowego rozkładu i od ilości cząstek w jednostce objętości. Szybkość powstawania stref rozgałęzionych mikropęknięć zależy od szybkości obciążania, a także od podanych wyżej parametrów.

1.3. Stopień zniszczenia i statystyczny opis zniszczenia

Charakterystyki wytrzymałościowe i czas życia materiałów ceramicznych pod obciążeniami mechanicznymi są wielkościami losowymi. Rozpatrzymy to zagadnienie bardziej szczegółowo z określeniem pojęcia stopnia zniszczenia, zgodnie z podejściem opracowanym przez W.W.Bołotina [7].

Pod stopniem zniszczenia ψ rozumie się wielkość skalarną, jednoznacznie związaną ze stanem materiału i wyrażającą "zużycie" zapasu wytrzymałości lub czasu życia. W stanie wyjściowym stopień zużycia $\psi=1$. W najprostszym przypadku, kiedy szybkość zniszczenia jest określana tylko obciążeniem i nie zależy od prehistorii, stopień zużycia można wyrazić wzorem:

$$d\psi/dt = f(q) \tag{1.5}$$

Jeśli obciążenie $q=\text{const}$, to $\psi=\int_0^t f(q)\,dt = f(q)\,t$, to znaczy, że obserwuje się liniowy wzrost stopnia zniszczenia z czasem. Przy $t=T(q)$, gdzie $T(q)$ czas życia, $\psi=1$ i $T(q)=1/f(q)$.

http://rcin.org.pl

Przy uwzględnieniu tej zależności częściej stosuje się wzór:

$$\psi = \int_0^t d\tau/T(q) \tag{1.6}$$

Wzór ten jest słuszny również przy obciążeniu zależnym od czasu:

$$\psi = \int_0^t d\tau/T[q(\tau)] \tag{1.7}$$

W takiej postaci pozwala on na obliczenie czasu życia przy dowolnej zmianie obciążenia q(t), jeżeli znana jest zależność T(q), przy q=const. W tym celu należy obliczyć całkę:

$$\int_0^T d\tau/T[q(\tau)] = 1 \tag{1.8}$$

i rozszerzyć otrzymane wyrażenie w stosunku do T.
W bardziej złożonych przypadkach

$$d\psi/dt = f(q,\psi) \tag{1.9}$$

i zadanie bardzo się komplikuje. Można go rozwiązać w ogólnej postaci tylko wówczas, gdy $f(q,\psi)=u(q)v(\psi)$. Po rozdzieleniu zmiennych i wykonaniu całkowania:

$$\int_0^{\psi} d\psi/v(\psi) = \int_0^t u[q(\tau)]d\tau = \Phi(t) \tag{1.10}$$

otrzymuje się zależność:

$$\psi(t) = q[\Phi(t)] \tag{1.11}$$

przy czym q(0)=0, a q(1)=1. W tym przypadku funkcja $\psi(t)$ jest nieliniowa. Rolę pseudoliniowego stopnia zniszczenia odgrywa $\Phi(t)$.

Sprawdzenie liniowości stopnia pogorszenia może być osiągnięte poprzez przeprowadzenie serii badań przy dwu (lub więcej) ustalonych obciążeniach q_1 i q_1 zadanych odpowiednio w odcinkach czasu t_1 i t_1. Wszystkie punkty spełniające równanie:

http://rcin.org.pl

$$t_1/T(q_1) + t_2/T(q_2) = 1 \qquad (1.12)$$

powinny leżeć na jednej prostej, jeśli ψ jest liniową funkcją czasu.

Stopień zniszczenia w różnych konkretnych sytuacjach może mieć różny sens. Na przykład, rozpatrując stadium powstawania zarodków mikropęknięć wskutek połączenia się wakancji, jako stopień zniszczenia można rozpatrywać powstawanie jednego lub kilku zarodków. Ponieważ tworzenie się oddzielnych zarodków można rozpatrywać jako zjawiska niezależne, to ich strumień można opisać za pomocą rozkładu Poissona:

$$Q = \mu \exp(-\mu)/k! \qquad (1.13)$$

gdzie k=0,1,2..., Q-prawdopodobieństwo powstania k zarodków.

Parametr rozkładu μ, równy średniej wartości k, można związać ze stopniem zniszczenia, pisząc $\mu=f(\psi)$ z warunkami: $f(\psi)>0$, $f(0)=0$ oraz $f(1)=1$. Ostatnie równanie oznacza, że za zniszczenie uważa się powstanie jednego zarodka. Przy uwzględnieniu zależności $\mu=f(\psi)$ rozkład Poissona przyjmuje postać:

$$Q(t) = f^k[\psi(q(t))] \exp[-f(\psi(q(t)))]/k! \qquad (1.14)$$

Prawdopodobieństwo, że w momencie t powstało choćby jedno pęknięcie, jest równe:

$$Q(t) = 1-\exp[-f(\psi(q(t)))] \qquad (1.15)$$

Z równania tego otrzymujemy rozkład Weibulla, jeżeli przyjmiemy, że $f[\psi(q(t))]=\psi^\beta$ przy $\psi=0$ w przypadku, gdy $t<t_o$ lub $q<r_o$, oraz $\psi=(t-t_o)/(t_c-t_o)\cdot[(q-r_o)/(r_c-r_o)]^m$ przy $q>r_o$, $r_c>r_o$, $t_c \geq t_o$, gdzie r_* i t_* - wartości progowe, r_t i t_t - charakterystyczne parametry wytrzymałości i czasu życia, q - obciążenie, m - parametr:

$$F(t) = 1-\exp[-[(q-r_o)/(r_c-r_o)]^\alpha[(t-t_o)/(t_c-t_o)]^\beta] \qquad (1.16)$$

gdzie: $\alpha=m\cdot\beta$.

http://rcin.org.pl

Jeżeli moment powstawania zarodka oznaczymy t_*, to:

$$F(t_*)=1-\exp[-[(q-r_o)/(r_c-r_o)]^{\alpha}[(t_*-t_o)/(t_c-t_o)]^{\beta}] \quad (1.17)$$

Powstający zarodek powinien wyrastać do rozmiarów pęknięcia krytycznego l_{**}. Jeśli znana jest zależność $l=l(l_*,t)$, to nie przedstawia trudności znalezienie rozkładu momentów czasut$_{**}$ powstania krytycznych pęknięć. W tym celu należy określić t_* z zależności $l=l(l_*,t)$ i podstawić otrzymane wyrażenie do rozkładu Weibulla $F(t_*)$, a następnie przejść do $F(t_{**})$, podstawiając do rozkładu czas i długość pęknięcia z warunku $t=t_{**}$ i $l=l_{**}$.

Na przykład, dla zniszczenia zmęczeniowego, gdy prawdziwe jest równanie Peris'a-Erdogan'a, szybkość wzrostu pęknięcia wynosi

$$dl/dt = A(q\cdot l^{1/2}) \quad (1.18)$$

a po zcałkowaniu i przekształceniu:

$$t_*=t-A\ln(l/l_*)/q^2 \quad \text{przy } m=2$$
$$t_*=t-A(l_*^{-m1}-l^{-m1})/q^m/m_1 \quad \text{przy } m=2 \text{ i } m1=m/2-1 \quad (1.19)$$

Do uzyskania końcowego wyrażenia $F(t_{**})$ przyjmujemy w powyższych wyrażeniach $t=t_{**}$ i $l=l_{**}$, co daje np. dla $m=2$

$$t_* = t_{**}-A\ln(l_{**}/l_*)/q^2 \quad (1.20)$$

i podstawiamy otrzymany wynik dla t_* do wzoru na $F(t_*)$, uwzględniając, że t_* należy zamienić na t_{**}. Wobec oczywistości wyniku i jego wielkości, przytaczać go nie będziemy.

W statystycznej obróbce danych przy pomocy rozkładu Weibulla interesujący jest związek materiałowych charakterystyk wytrzymałości i czasu życia. Jak wiadomo, rozkład Weibulla został zaproponowany do obliczania rozkładu wartości wytrzymałości w postaci:

http://rcin.org.pl

$$F(r) = 1-\exp[-(r/r_c)^{\alpha}] \quad \text{przy} \quad \alpha \geq 1 \tag{1.21}$$

Jeżeli obciążenie mechaniczne q=const, to czas do zniszczenia $T=t_c(r/q)^m$, stąd $r=q(T/t_c)$ i

$$F(T) = 1-\exp[-q/r_c)^{\alpha}(T/t_c)^{\beta}], \qquad \beta=\alpha/m \tag{1.22}$$

Współczynniki wariancji wytrzymałości i czasu życia są odpowiednio równe:

$$\begin{aligned} \omega_r &= [\Gamma(1+2/\alpha)/\Gamma(1+1/\alpha)-1] \\ \omega_T &= [\Gamma(1+2/\beta)/\Gamma(1+1/\beta)-1] \end{aligned} \tag{1.23}$$

Przy występujących zwykle w praktyce wartościach α i m rzędu 10, otrzymujemy $\omega_t=0,05$ i $\omega_T=0,4$. W ten sposób rozrzut czasu życia, podczas badania w programie q=const, jest znacznie wyższy od rozrzutu charakterystyk wytrzymałościowych.

Położenie ulega istotnej zmianie, jeśli badania czasu życia są prowadzone pod liniowo narastającym obciążeniem $q=\gamma \cdot t$. Dla czasu życia w tym przypadku otrzymujemy

$$\int_0^T d\tau/T[q(\tau)] = \int_0^T d\tau/[r/q(t)]^m/t = T^{m+1}\cdot(\gamma/r)^m/(m+1)/t_c = 1 \tag{1.24}$$

i stąd

$$T = [(m+1)\cdot t_c/\gamma^m]^{\frac{1}{m+1}} \cdot r^{\frac{m}{m+1}} \tag{1.25}$$

Ponieważ m/(m+1) przy dużych m dąży do 1, to rozkład czasu życia i wytrzymałości przy liniowo narastającym obciążeniu będzie miał wartości bliskie parametrowi α i β oraz bliskie wartości współczynników wariancji.

Zastosowanie rozkładu Weibulla do opisania rozkładu czasu życia i wytrzymałości wraz z istnieniem formalnej podstawy jest również usprawiedliwione szeregiem praktycznych zalet. W szczególności pozwala to w sposób naturalny uwzględniać zmiany charakterystych wytrzymałościowych i czasu życia związane z

http://rcin.org.pl

czynnikiem skali. Przyjmuje się przy tym założenie, że zniszczenie całego wyrobu rozpoczyna się od zniszczenia najsłabszego ogniwa. Dalsze rozprzestrzenianie się naprężenia prowadzi do reakcji łańcuchowej zniszczenia innych ogniw. Ponieważ niezniszczenie poszczególnych ogniw jest zdarzeniem niezależnym, to zgodnie z prawem iloczynu prawdopodobieństw dla prawdopodobieństwa niezniszczenia n ogniw otrzymujemy:

$$P_n(r) = P_1^n(r) = [1-F_1(r)]^n = \exp[-n\cdot(r/r_c)^\beta] \qquad (1.26)$$

Wszystkie zależności wynikające stąd, że bierze się pod uwagę oddzielne ogniwa : ograniczona objętość materiału, wycinek powierzchni lub odcinek, dla prawdopodobieństwa zniszczenia można zapisać:

$$F(n) = 1-\exp[-(m/m_1)\cdot(r/r_c)^\beta] \qquad (1.27)$$

gdzie m - objętość, płaszczyzna lub długość całego wyrobu (próbki), m_1 - odpowiednia wielkość dla pojedynczego ogniwa.

Parametry rozkładu Weibulla można określić na rzędnej lnF=0,632, której odpowiada odcięta $t=t_o$, a zatem z zależności:

$$\beta = \ln\ln(1/P_1)/[\ln(t_1)-\ln(t_c)] \qquad (1.28)$$

Zagadnienia związane z określeniem parametrów rozkładu Weibulla rozpatrzono szczegółowo w pracy [11].

http://rcin.org.pl

2. EFEKTY AKUSTYCZNE TOWARZYSZĄCE POWSTAWANIU I WZROSTOWI PĘKNIĘĆ

2.1. Natura i źródła emisji akustycznej

Dowolny defekt w ciele stałym sprowadza się do zakłócenia energetycznego i pojawienia się wokół defektu naprężeń sprężystych. Stąd zarówno powstanie defektu, jak i jego przemieszczenie, powinno powodować wzbudzenie w ciele stałym fal drgań sprężystych, rozchodzących się od defektu do powierzchni, gdzie mogą one zostać zarejestrowane. Zjawisko to nazywa się emisją akustyczną. W ogólnym przypadku emisja akustyczna polega na przemianie energii sprężystej, związanej z defektem, przestrzennym lub termicznym naprężeniem lub z działaniem sił wewnętrznych, w energię drgań sprężystych [20].

Praktycznie każdy proces deformacji powoduje dźwięczenie materiału [16]. Większość materiałów dźwięczy tylko podczas deformowania, niektóre nie milkną nawet po zdjęciu obciążenia. U podstawy badań akustycznych materiałów leży ruch defektów, przede wszystkim dyslokacji. Wybuch wysokoczęstotliwościowych drgań, w postaci ogromnej ilości impulsów, zachodzi we wcześniejszych stadiach deformacji plastycznej. Ta falowa emisja związana jest z poślizgiem dyslokacji, zachodzącym z szybkością 0,01÷20 m/s. Jednak w tym przypadku intensywność sygnału akustycznego jest bardzo mała. Przy bardzo dużej czułości przyrządów można zarejestrować promieniowanie poszczególnej dyslokacji lub małej ich ilości. Jednak do osiągnięcia tego konieczne jest, aby długość odcinka dyslokacji nie była mniejsza od 8 μm.

Pojawienie się pęknięcia prowadzi do gwałtownej zmiany intensywności i częstości sygnału akustycznego. Okres podkrytycznego wzrostu pęknięcia wyraża się akustycznym "szeptem", który ożywia się jedynie pikami dźwięczenia w momentach powstawania nowych pęknięć lub łączenia się ich. Energia dźwięczenia rośnie ze wzrostem przyłożonego naprężenia i energii deformacji. Wraz ze wzrostem szybkości wzrostu pęknięcia wypromieniowana energia zmniejsza się. Jest to związane ze skokową zmianą szybkości pęknięcia.

http://rcin.org.pl

Po zniszczeniu materiał traci wytrzymałość, znika również siła wewnętrzna. Pozostawiony sam sobie materiał regeneruje swoją postać, i wówczas powstają również intensywne drgania, których częstości są umiarkowane, natomiast intensywność duża. Z analizy spektrum dźwięku można wiele wydedukować o tym, co się dzieje z materiałem podczas procesu jego zniszczenia, nie jest to jednak proste. Obecnie nie można na podstawie spektrum akustycznego uzyskać pełnego obrazu o procesach mechanicznych, ponieważ albo nie udaje się usłyszeć echa każdego procesu fizycznego, albo nie można jeszcze zidentyfikować poszczególnych sygnałów akustycznych.

2.2. Charakterystyki intensywności emisji akustycznej

Ponieważ powstawanie i przemieszczanie się defektów w ciele stałym ma w większości przypadków charakter dyskretny, emisja akustyczna nosi charakter impulsowy. Amplituda i długość impulsów emisji akustycznej określone są przede wszystkim tym procesem, który jest ich źródłem. Do takich procesów, jak to wynika z tego co zostało napisane powyżej, należy ruch dyslokacji, powstanie i rozprzestrzenianie się mikro- i makropęknięć, katastroficzne zniszczenie mechaniczne, itp.

Oprócz natury źródła, na charakter i intensywność emisji akustycznej wpływa mikro- i makrostruktura materiału, w tym poziom zdefektowania, osiągnięty podczas poprzednich obciążeń, poziom działającego obciążenia i in. Czynniki te oddziaływują pośrednio na impuls, określając typ, intensywność powstawania i szybkość przemieszczania się defektu lub warunki rozprzestrzeniania (odbicie, rozpraszanie, tłumienie, itp.) innych fal.

Impulsowy charakter emisji akustycznej ogranicza wybór parametrów, wykorzystywanych do jej rejestracji i oceny intensywności. Do najczęściej stosowanych parametrów emisji akustycznej są zaliczane [16,20]:

- sumaryczna amplituda impulsów emisji akustycznej, z amplitudą przewyższającą określoną wartość progową,
- sumaryczna amplituda impulsów emisji akustycznej, wyliczona w

http://rcin.org.pl

określonym, na przykład jednostkowym, przedziale czasu,
- sumaryczna ilość impulsów emisji akustycznej z amplitudą większą od założonej wartości w czasie od początku do końca badania,
- ilość impulsów emisji akustycznej z amplitudą większą od założonej wartości w określonym przedziale czasu,
- rozkład amplitud emisji akustycznej w czasie,
- średnie kwadratowe natężenie sygnałów emisji akustycznej,
- sumaryczna energia impulsów emisji akustycznej lub jej gęstość w jednostce czasu,
- spektralna gęstość emisji akustycznej (rozkład energii emisji akustycznej wg częstotliwości).

Odnośnie przydatatności wyliczonych parametrów do oceny stanu i prognozowania charakterystyk wytrzymałościowych oraz czasu życia materiałów ceramicznych należy zauważyć ich niejednorodność, związaną z dowolnością progowego poziomu sygnału. Najczęściej wybór poziomu dyskryminacji określa się poziomem szumów. Jest to związane z tym, że kolejność impulsów emisji akustycznej nosi charakter stochastyczny i znane z radiotechniki metody walki z szumami i wydzielenia pożytecznego sygnału na tle zakłóceń, są tu mało efektywne.

2.3. Zastosowanie emisji akustycznej do oceny materiałów

Emisja akustyczna, jak już zaznaczono, bezpośrednio jest związana z procesem zniszczenia. Wychodząc z ogólnych poglądów, został przez autorów [20] ustalony związek między charakterystykami procesu zniszczenia w początkowym stadium powstawania i rozprzestrzeniania się mikropęknięć a ilością impulsów emisji akustycznej. U podstawy rozważań leży naturalne założenie o proporcjonalności przyrostu ilości impulsów emisji akustycznej N_t do ilości powstających w jednostce czasu pęknięć N_e, tj. zależność:

http://rcin.org.pl

$$\frac{dN_t}{dt} = N_o \cdot \frac{dN_e}{dt} \tag{2.1}$$

gdzie N_o - stała, zależna od czułości aparatury rejestrującej.

W odniesieniu do materiałów ceramicznych można również założyć, że zniszczenie każdego ziarna na drodze pęknięcia daje swój impuls emisji i stąd:

$$\frac{dN_e}{dt} = \frac{1}{G} \cdot \frac{dl}{dt} = \frac{V}{G} \tag{2.2}$$

gdzie G-wielkość ziarna, V-szybkość rozprzestrzeniania pęknięć. Tak więc:

$$V = \frac{G}{N_o} \cdot \frac{dN_t}{dt} \tag{2.3}$$

Wykorzystując znaną zależność między szybkością pęknięć a współczynnikiem intensywności naprężeń:

$$V = A \cdot K^n \tag{2.4}$$

można otrzymać wyrażenie, wiążące szybkość wzrostu ilości impulsów emisji akustycznej z współczynnikiem intensywności naprężenia:

$$K = \frac{G}{N_o A} \cdot \frac{dN_t}{dt} \tag{2.5}$$

Istnienie tak prostych związków podstawowych charakterystyk procesu zniszczenia z charakterystykami emisji akustycznej powoduje nieustanne próby wykorzystania emisji akustycznej do prognozowania charakterystyk wytrzymałościowych różnych materiałów [2,19].

Autorzy pracy [19] wykazali, na przykład, że występuje potwierdzony statystycznie związek pomiędzy wytrzymałością na zginanie materiałów ceramicznych, badanych metodą zginania trójpunktowego F_{iz} a wartością siły F_o, przy której pojawia się intensywna emisja akustyczna.

Jednak, przy zastosowaniu emisji akustycznej w celu oceny

http://rcin.org.pl

stanu i prognozowania charakterystyk wytrzymałościowych, należy uwzględniać nieodwracalność procesu zniszczenia i związanego z efektem pamięci. Efekt ten polega na tym, że przy powtórnym obciążeniu materiału, przy naprężeniach $\sigma<\sigma_1$, gdzie σ_1-naprężenie, do którego materiał został obciążony podczas pierwszego cyklu, ilość powstających pęknięć, a więc i intensywność emisji akustycznej, jest znacznie mniejsza niż podczas pierwszego obciążenia. Przy $\sigma>\sigma_1$ rozpoczyna się intensywne powstawanie pęknięć i intensywność emisji akustycznej szybko wzrasta.

Występowanie efektu pamięci prowadzi do tego, że ani niski poziom emisji akustycznej w określonym zakresie obciążeń mechanicznych, ani wysokie wartości siły, przy której rozpoczyna się intensywna emisja, nie mogą być wykorzystane jako świadectwo wysokiej potencjalnej wytrzymałości materiału, jeżeli nie znana jest prehistoria próbki. Z tego powodu, ustalona w pracy [19], zależność jest słuszna jedynie dla nowych, świeżo przygotowanych próbek lub wyrobów. W procesie eksploatacji stopień zdefektowania materiału będzie wzrastał i współczynnik regresji emisji będzie zmieniać swoją wartość.

Tak więc, zagadnienie zastosowania emisji akustycznej w celu diagnostyki i prognozowania wymaga dalszych badań. Wydaje się nam, że w celu podwyższenia wiarygodności wyników, należy łączyć emisję akustyczną z innymi bardziej kompleksowymi zjawiskami, do których można zaliczyć, na przykład, przewodnictwo elektryczne.

http://rcin.org.pl

3. PRZEWODNICTWO ELEKTRYCZNE I POLARYZACJA DIELEKTRYKOW

Przewodnictwem elektrycznym dielektryka nazywa się zwykle jego zdolność, przy niezmiennym w czasie napięciu, do przepuszczania niezmiennego w czasie prądu. Prąd ten nazywa się prądem skrośnym. Oprócz niego przez dielektryk może przechodzić przy przyłożeniu stałego napięcia prąd, spowodowany szybkimi procesami polaryzacji, orza prąd absorbcyjny, związany z powolnymi procesami polaryzacji (rys.3.1).

Prąd skrośny oraz prąd absorbcyjny są czułymi strukturalnie charakterystykami materiałów dielektrycznych.

3.1. Zjawiska polaryzacyjne

Podczas polaryzacji dielektryka zachodzi zmiana w czasie względnego położenia ładunków elektrycznych bez ich wymiany lub też z wymianą tylko na jednym elektronie. Podczas przyłożenia pola elektrycznego zachodzi przesunięcie ładunków lub orientacja dipoli z określonym opóźnieniem w czasie. Odcinek czasu, w którym układ przechodzi ze stanu nierównowagowego w równowagowy nazywa się czasem relaksacji, a matematycznie proces ten można opisać wzorem, opisującym zależność prądu od czasu:

$$i_x = i_o e^{-\frac{t}{\tau}} \qquad (3.1)$$

gdzie τ - czas relaksacji, t - aktualny czas, i_o - prąd początkowy odpowiadający polaryzacji relaksacyjnej.

Wielkość działającego w dielektryku pola zależy bezpośrednio od właściwości krystalicznych substancji, polaryzacyjności i polaryzacyjnego działania jonów. Tak więc wokół dipolu (wtrącenia) wprowadzone momenty elektryczne mogą spowodować pole, skierowane zgodnie z polem wewnętrznym lub też przewciwnie. Zarówno w pierwszym, jak i w drugim przypadku, działające pole będzie większe od średniego, rozpatrywana cząsteczka nie może działać sama na siebie, a wskutek tego, z ogólnie działającego pola, powinno być

http://rcin.org.pl

wyliczone pole danej cząsteczki. Przerzucana z jednego położenia w drugie, cząstka wytwarza moment dipolowy - m, równy iloczynowi ładunku przez ramię pola qδ i równoważna temu zdolność polaryzacyjna jest równa:

$$\alpha = \frac{q^2\delta^2}{kT} \tag{3.2}$$

Zdolność polaryzacyjna związana z przenikalnością dielektryczną zależnością Clausiusa-Mosotti:

$$\varepsilon = \frac{1+\frac{2n\alpha}{3\varepsilon_o}}{1-\frac{n\alpha}{3\varepsilon_o}} \tag{3.3}$$

jest spełniona, jednak tylko dla nie całkiem polarnych dielektryków i słabych roztworów polarnych molekuł w niepolarnych dielektrykach.

Przeorientowanie dipoli elektrycznych typu "kationowa domieszka-kationowa wakancja" powoduje relaksację na częstotliwości pola elektrycznego, wynoszącej ok. 2 kHz, której stała czasowa $\tau=1/\nu_p$ zależy od poziomu średnich naprężeń w metalu [13]. Pola sprężyste takich dipoli i ich agregatów efektywnie hamują ruch dyslokacji. Zmiana struktury dyslokacyjnej i naprężeń sprężystych podczas relaksacji może zmienić rezonansową częstotliwość dipoli ν_p, która zależy od deformacji β, zgodnie ze wzorem:

$$\nu_p = \exp(A\beta) \tag{3.4}$$

gdzie A=const.

Przy znacznym wzroście deformacji możliwe jest przesunięcie częstotliwości rezonansowej wskutek zmiany struktury dyslokacyjnej. Przy małych deformacjach podstawową przyczyną zmiany polaryzowalności próbki może być tylko znaczna zmiana stężenia dipoli w jednostce objętości, przy stałym czasie relaksacji, przy czym główny wkład dają swobodne dipole, a nie związane w dimery i trimery [13]. Wskutek tego zmiany prądu polaryzacyjnego i, można rozpatrywać jako zmiany ilości swobodnych dipoli "domieszka-

http://rcin.org.pl

wakancja". Równocześnie wzrost tego prądu podczas obciążenia może być związany z tym, że część dimerów lub trimerów może być rozerwana w sposób nieaktywny, a to prowadzi do zwiększenia się ilości swobodnych dipoli. Zmniejszenie prądu może być związane z zatrzymaniem się odcinków dyslokacyjnych na dipolach, przed termicznym ich pokonaniem.

3.2. Przewodnictwo elektryczne i absorbcja

Prąd skrośny, przechodzący przez dielektryk, jest zwykle związany z obecnością w dielektryku słabo związanych nośników ładunku. W większości przypadków prąd w stałych dielektrykach jest przenoszony przez jony i tylko w dielektrykach zawierających tytan nośnikami prądu są elektrony.

W dielektrykach słabo związane jony pojawiają się albo w wyniku wprowadzenia domieszek, albo też wskutek powstania defektów własnych. Zgodnie z prawami termodynamiki, w dielektrykach w temperaturze powyżej zera zawsze występuje określona ilość defektów typu Frenkla (wakancje w węźle, jon lub atom w międzywęźle) lub typu Schottky'ego (wakancje w węzłach, jony lub atomy na powierzchni kryształu). Stężenie jednych i drugich jest wyrażone zależnością Boltzmanna:

$$n = N_0 \exp\left(\frac{W_a}{kT}\right) \qquad (3.5)$$

gdzie W_i - energia aktywacji wyjścia w międzywęźle lub energia powstania defektu typu Schottky'ego. Ten drugi przypadek jest bardziej dogodny energetycznie i w praktyce jest spotykany częściej.

Ponieważ położenia równowagi defektów są oddzielone od siebie barierami energetycznymi, to przewodnictwo jonowe jest procesem aktywowanym termicznie. W ogólnym przypadku proces przewodnictwa jonowego obejmuje proces powstawania defektów (energia aktywacji ΔE) i proces dryfu powstającego defektu w polu elektrycznym (energia aktywacji ΔU_1 - ruch w polu, oraz ΔU_2 - ruch w kierunku

http://rcin.org.pl

przeciwnym do pola) - rys.3.2.

Przewodnictwo jonowe w obecności nośników jednego znaku jest określane ich stężeniem n_i i w przytoczonym przypadku jest równe:

$$\gamma = \frac{n_o f_o l_o q}{3E} \exp\left(-\frac{\Delta E+\Delta U_1}{kT}\right)\cdot\exp\left(-\frac{qEl_1}{kT}\right) sh\left(\frac{qEl_2}{2kT}\right) \qquad (3.6)$$

gdzie f_i-częstotliwość drgań jonów w minimach 2 i 3, l_1 i l_2 - odległość między minimami (rys.3.2).

Jeżeli ograniczyć się do obszaru słabych pól, to zależność $\gamma(E)$ będzie wyrażona słabo i dla dielektryków będzie spełnione prawo Ohma. Jeżeli w przewodnictwie elektrycznym biorą udział kationy i aniony, to przewodnictwo jest równe sumie ich przewodnictwa (tj. przewodnictwa z udziałem anionów i kationów):

$$\gamma = \gamma_k+\gamma_a = \gamma_{ok}\exp\left(-\frac{W_k}{kT}\right) + \gamma_{oa}\exp\left(-\frac{W_a}{kT}\right) \qquad (3.7)$$

Często przyjmuje się, że $\gamma_k=en_ku_k$ i $\gamma_a=en_au_a$, gdzie u_i i u_j - ruchliwość anionów i kationów. Jeżeli proces przewodnictwa (tj. dryfu w polu elektrycznym) zostaje skomplikowany dyfuzją, to całkowity prąd jest równy:

$$\gamma = (\gamma_k + \gamma_a) E - D_k\nabla n_k + D_a\nabla n_a \qquad (3.8)$$

gdzie D_i i D_j - współczynniki dyfuzji anionów i kationów.

Przytoczone wzory świadczą o tym, że prąd skrośny jest określony głównie stężeniem i ruchliwością nośników prądu, które z kolei powinny zależeć od wzrastającego stopnia zdefektowania dielektryka pod przyłożonym obciążeniem mechanicznym.

3.3. Zjawiska absorbcyjne w dielektrykach

Przyczyny czasowej zależności prądu, przechodzącego przez dielektryk w obszarze odpowiadającym prądowi absorbcyjnemu, są bardzo różne. Rozpatrzymy główne zjawiska, które mogą wpływać na tę zależność.

http://rcin.org.pl

Przede wszystkim zatrzymamy się na formalnym wyliczeniu procesów powolnej polaryzacji niezależnie od ich natury. Taka ewidencja jest możliwa poprzez wprowadzenie SEM wysokonapięciowej polaryzacji P, powstającej wskutek rozmieszczenia lub przesunięcia swobodnych ładunków i nagromadzenia ich na wewnętrznych granicach rozdziału, na elektrodach i na powstałych makrodefektach. SEM polaryzacji jest skierowana przeciwnie do przyłożonego napięcia, wskutek czego pole w dielektryku ulega osłabieniu i zamiast prawa Ohma, można napisać:

$$I = \gamma \frac{U-P}{h} S \qquad (3.9)$$

gdzie h i S - grubość i powierzchnia dielektryka, γ - jego objętościowe przewodnictwo właściwe.

Porównując wyrażenie (3.9) ze zwykłym prawem Ohma - I=U/R, można otrzymać dla oporności dielektryka R jako funkcji czasu, następujące wyrażenie:

$$R = \frac{R_o}{1-[P(t)/U]} \qquad (3.10)$$

gdzie $R_o=h/(\sigma S)$ - oporność dielektryka przy braku powolnych procesów polaryzacji. Tak więc, obecność i ustalenie się w czasie SEM polaryzacji, będzie prowadzić do wzrostu oporności dielektryka.

Najczęściej prąd absorbcyjny jest obserwowany w dielektrykach niejednorodnych, w których można wydzielić oddzielne obszary z różnymi wartościami względnej przenikalności dielektrycznej i przewodnictwa właściwego. W tym przypadku jest on związany z procesem przejściowym, zależnym od przemieszczenia się napięć w dielektryku. Ponieważ oddziaływanie frontu napięcia, przy podłączeniu dielektryka do prądu stałego, jest równoważne w pewnym sensie oddziaływaniu napięcia zmiennego (wynika to z możliwości przedstawienia skoku napięcia całką Fourier'a), to pierwotne napięcie rozkłada się w pojemności poszczególnych obszarów dielektryka (zgodnie ze względną przenikalnością dielektryczną ε_{ri}). W ustalonym przepływie prądu skrośnego napięcie rozkłada się

http://rcin.org.pl

zgodnie z objętościowymi przewodnictwami właściwymi γ_i poszczególnych obszarów dielektryka. Jeżeli $\varepsilon_{ri}/\gamma_i$=const, to początkowy i końcowy rozkład napięcia nie jest taki sam.

Zmiana rozkładu napięcia związana jest z przepływem prądu absorbcyjnego i nagromadzeniem ładunku na granicy rozdziału. Dla dielektryka dwuwarstwowego z parametrami warstw γ_1, ε_{r1} i γ_2, ε_{r2}, i grubościami d_1 i d_2 odpowiednia gęstość prądu, przepływającego przez dielektryk, jest równa:

$$\gamma = \frac{\gamma_1\gamma_2 U_o}{d_1\gamma_2 + d_2\gamma_1} + \frac{(\gamma_2\varepsilon_1 - \gamma_1\varepsilon_2)\, d_1 d_2 U_o}{(\varepsilon_2 d_1 + \varepsilon_1 d_2)^2 (\gamma_2 d_1 + \gamma_1 d_2)} e^{-\frac{t}{\tau}} \qquad (3.11)$$

gdzie $\tau = (\varepsilon_1 d_2 + \varepsilon_2 d_1)/[4\pi(d_1\gamma_2 + d_2\gamma_1)]$ - stała czasowa spadku prądu absorbcji.

Analogicznego rodzaju wzory można otrzymać dla dielektryka wielowarstwowego. Jeżeli podczas obciążania mechanicznego przewodnictwo poszczególnych obszarów, wskutek powstawania defektów, ulega niejednakowej zmianie, to zgodnie z ostatnim wzorem zmienia się wartość amplitudy stałej i zmiennej składowej prądu upływu oraz stała czasowa prądu absorbcji.

Inną przyczyną zmiany oporności dielektryka podczas działania naprężenia mechanicznego jest proces wychwytywania swobodnych nośników prądu do pułapek lub też nagromadzenie ich na blokujących elektrodach. W tym przypadku przewodnictwo zmniejsza się w czasie wykładniczo, zgodnie z zależnością:

$$\gamma = \gamma_o + (\gamma_- - \gamma_o)\,(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}) \qquad (3.12)$$

gdzie γ_o, γ_- - początkowa i ustalona wartość przewodnictwa, będąca, zgodnie z przyjętymi założeniami, jak i stała czasowa, funkcją mechanicznych naprężeń występujących w materiale.

Zmiana polarności napięcia powinna, dla opisywanych przypadków, prowadzić do szybkiego wzrostu przewodnictwa, a następnie do jego spadku w czasie. W momencie odłączenia napięcia powstaje impuls prądu depolaryzacji, wykazujący polarność,

http://rcin.org.pl

przeciwną polarności podłączonego prądu.

Nieodwracalne obniżenie przewodnictwa dielektryka, zgodnie z zależnością wykładniczą, może być również spowodowane elektrycznym oczyszczaniem - to jest wyjściem słabo związanych jonów na powierzchnię i ich neutralizację na elektrodach. W tym przypadku zmiana polarności napięcia nie będzie się wyrażała skokiem przewodnictwa. Naprężenia mechaniczne również i w tym przypadku mogą wpływać na wartość wielkości γ_0 i γ_*, oraz słabiej na τ.

3.4. Czasowa zależność prądu, płynącego przez dielektryk, podczas iniekcji i objętościowej generacji nośników

Oprócz zjawisk absorbcyjnych do zależności prądu upływu przez dielektryk od czasu, mogą prowadzić procesy iniekcji nośników z elektrod oraz wewnętrznego wzbudzenia nośników.

Czasowa zależność prądu upływu przy stałej, jednobiegunowej iniekcji nośników z elektrody w przybliżeniu można opisać krzywą 1 (rys.3.3). Rzeczywista zależność od czasu (krzywa 2) wykazuje bardziej płynne przejście do wartości ustalonej, równej zgodnie z prawem Motta-Henry'ego:

$$\gamma = \frac{8}{9}\varepsilon_0\varepsilon_r u\theta\frac{U^2}{d^3} \qquad (3.13)$$

gdzie u-ruchliwość nośników, ε_r-stała dielektryczna, θ-współczynnik wychwytywania inżektowanego ładunku przez pułapkę, U-przyłożone napięcie.

Przy prądzie iniekcyjnym można oczekiwać, że najbardziej czułym parametrem na defekty struktury będzie współczynnik θ. Jeżeli przepływ prądu iniekcyjnego towarzyszy polaryzacji migracyjnej, to na zależności czasowej prądu może pojawić się maksimum.

Z zależności prądu polaryzacyjnego od czasu można oznaczyć ruchliwość nośników ze wzoru:

http://rcin.org.pl

$$u = \frac{d^2}{t_p U^2} \tag{3.14}$$

gdzie t_p-czas przejścia nośnika przez próbkę, określony na początku obszaru stabilizacji prądu.

W związku z tym, że w roboczym obszarze naprężenia pola zjawiska iniekcyjne zaznaczają się słabo, bardziej szczegółowo zależności związanych z ich przebiegiem nie będziemy rozpatrywać.

Bardziej prawdopodobnym jest wzbudzenie nośników w objętości dielektryka podczas obciążeń mechanicznych. Podczas wzbudzenia impulsowego nośników obu znaków w objętości dielektryka, na przykład w trakcie powstawania pęknięć, może pojawić się impuls prądu:

$$I = \frac{Q}{\tau} = \frac{eN_o(U_k+U_a)E}{d} \tag{3.15}$$

gdzie τ-czas życia nośników. Wzór ten jest słuszny, jeżeli droga, którą przejdą nośniki, $\delta_o = UE\tau < d$.

Zamieranie prądu, spowodowanego wzbudzonymi nośnikami, ma różny charakter w zależności od mechanizmu tego zamierania. Jeżeli to zjawisko związane jest z wychwytywaniem nośników na pułapkach lub z rekombinacją na równowagowych wakancjach, to:

$$\gamma = \gamma_o \exp(-\frac{4\pi\gamma t}{\varepsilon}) \tag{3.16}$$

a jeżeli w wyniku rekombinacji tworzących się podczas wzbudzenia defektów z uwzględnieniem wpływu pułapek, to:

$$i = \frac{i_o}{1+\frac{i_o\alpha}{kt}(W-W_o)t} \tag{3.17}$$

gdzie W_o i W - najniższy i dalsze poziomy pułapek, α=const, i_o-prąd początkowy.

Przytoczone przykłady zostały wyprowadzone przy założeniu bardziej lub mniej jednorodnego wzbudzenia nośników w objętości

http://rcin.org.pl

dielektryka.

W związku z możliwością niejednorodnego rozkładu naprężeń mechanicznych w objętości dielektryka, najbardziej interesujący jest przypadek, gdy wzbudzenia nosi charakter lokalny, w wyniku czego nawet jednorodny dielektryk zamienia się w niejednorodny. W tym przypadkiu poszczególne obszary takiego dielektryka charakteryzują się swoimi własnymi parametrami. Do wzbudzenia niejednorodnego dielektryka stosuje się ogólny wzór dla przewodnictwa mieszanin Lichtenekkera:

$$\gamma_{cm} = c_1\gamma_1^k + c_2\gamma_2^k \tag{3.18}$$

gdzie $-1 \leq k \leq 1$ - wielkość stała dla danego dielektryka, γ_1 i γ_1 - wzbudzona i niewzbudzona objętość dielektryka. W szczególnych przypadkach, gdy $k=1$ i $k=-1$, z elektrycznego punktu widzenia, mamy do czynienia z równoległym i szeregowym połączeniem warstw dielektryka.

Jeżeli wzbudzenie zmienia się w czasie, to $\gamma_1=\gamma_1(t)$. Wówczas w czasie t:

$$\gamma_{cm}^k(t) = c_1\gamma_1^k(t) + c_2\gamma_2^k \tag{3.19}$$

Gdy $\gamma_{c1}(t) \approx \gamma_{c1}$, tj. odchylenie od przypadku stanu ustalonego jest nieznaczne, przedstawiając $\gamma_{cm}(t) = \gamma_{cm} + [\gamma_{cm}(t) - \gamma_{cm}]$ i rozwijając otrzymane wyrażenie w szereg z dokładnością do członów pierwszego rzędu, otrzymamy:

$$\frac{\gamma_{cm}(t)}{\gamma_{cm}} = \frac{c_1^{\frac{1}{k}}\gamma_1(t)}{\gamma_1} \tag{3.20}$$

to znaczy, że zależności γ_{c1} i γ_1 od czasu są podobne, jednak czułość γ_{c1} o $c^{1/k}$ razy różni się od czułości γ_1. W związku z tym, im bardziej wzbudzona jest objętość dielektryka, tym dokładniej odzwierciedla to zmierzona wartość przewodnictwa elektrycznego.

http://rcin.org.pl

4. PRAWIDŁOWOSCI POMIARU PRZEWODNICTWA ELEKTRYCZNEGO PODCZAS OBCIĄŻANIA MECHANICZNEGO DIELEKTRYKA

Wpływ na przewodnictwo elektryczne defektów, powstających podczas obciążania mechanicznego dielektryków, powinien być związany przede wszystkim z ich rodzajem i stadium niszczenia. Wynika to stąd, że przy małych obciążeniach mechanicznych, niewystarczających do utworzenia pęknięć, powstają głównie defekty punktowe typu "wakancji" i defekty liniowe - dyslokacje. Przy większych obciążeniach przeważającą rolę odgrywają mikro- i makropęknięcia. Podobnie jak dla całego procesu zniszczenia, szczególnie w tym drugim obszarze niszczenia, przeprowadzono szereg badań defektów, związanych ze zniszczeniem mechanicznym. Stąd rozpatrzone zostaną najpierw wyniki dotyczące tego zagadnienia.

4.1. Zjawiska polaryzacyjne towarzyszące wzrostowi pęknięć

W pracy [3], przy pomocy bezpośredniego, bezkontaktowego pomiaru momentu dipolowego próbki obciążonej mechanicznie, została oceniona gęstość ładunku powierzchniowego σ na brzegach rosnącego pęknięcia. Ustalono, że rośnie ona ze wzrostem udziału wiązań jonowych i zmienia się w szeregu KCl, NaCl, LiF od dziesiętnych części do dziesiątków $\mu C/m^2$. Wartość σ zależy od takich czynników, jak geometria próbki i przełamu, szybkość rozprzestrzeniania się pęknięcia, aktualnego ładunku dyslokacji, oraz mozaiki znaków ładunku. Zakłada się, że w kształtowaniu rozkładu ładunków powierzchniowych główną rolę odgrywają naładowane dyslokacje, poruszające się przed frontem pęknięcia.

4.2. Promieniowanie elektromagnetyczne rosnącego pęknięcia

W pracy [2] przedstawiony został ogólny obraz polaryzacji próbki podczas zniszczenia mechanicznego; autorzy pracy [4] za pomocą rejestracji promieniowania elektromagnetycznego, powstającego w procesie rozwoju pęknięcia, badali kinetykę procesu.

http://rcin.org.pl

Ustalili, że kształt impulsów promieniowania elektromagnetycznego związany jest ze zmianami momentu dipolowego, ten zaś zależy z kolei od początkowych i końcowych wymiarów pęknięć, gęstości ładunku na ich brzegach, oraz szybkości rozprzestrzeniania się pęknięć. W kształtowaniu impulsów elektromagnetycznych zaznacza się również rola naładowanych dyslokacji i defektów punktowych.

Elektromagnetyczna odpowiedź materiału na oddziaływanie mechaniczne jest wykorzystywana do celów defektoskopii materiałów dielektrycznych [5]. W celu intensyfikacji promieniowania elektromagnetycznego, stosowana jest sztuczna aktywizacja defektów poprzez przyłożenie obciążenia udarowego, periodycznego lub wibracyjnego. Takie działanie prowadzi do zwiększenia intensyfikacji promieniowania elektromagnetycznego wskutek drgań naładowanych defektów i uzupełniającej elektryzacji brzegów pęknięć lub innych makrodefektów, powodując modulację promieniowania. Sprzyja to selektywności i czułości metody. Za pomocą opracowanego przez autorów [5] defektoskopu z różniczkowym czujnikiem pojemności, udaje się stwierdzić brak połączeń, wytopy, rozwarstwienia, pęknięcia, itp. na głębokości do 100 mm, oraz określić ich rodzaj i wymiary.

Do wad defektoskopii opartej na odpowiedzi elektromagnetycznej zalicza się czułość na wpływ zewnętrznych pól i zakłóceń, spowodowanych obecnością ładunku elektromagnetycznego na powierzchni dielektryka.

Zagadnienie zastosowania sygnału elektromagnetycznego rosnącego pęknięcia do prognozowania doraźnej wytrzymałości mechanicznej nie było dotychczas rozpatrywane. Jednak przy zastosowaniu emisji akustycznej można w tym przypadku oczekiwać dużej niejednoznaczności, związanej z prehistorią próbki.

Znacznie bardziej adekwatnego odzwierciedlenia stanu niszczonego materiału można oczekiwać, stosując jako sygnał informacyjny przewodnictwo elektryczne, które nierozdzielnie jest związane ze stopniem zdefektowania materiału, reagując w różnym stopniu zarówno na defekty punktowe, jak i makrodefekty.
Zagadnienie to rozpatrzymy teoretycznie na poziomie jakościowym.

http://rcin.org.pl

4.3. Przewodnictwo elektryczne dielektryków w początkowym stadium zniszczenia mechanicznego.

Podczas niejdnorodnego obciążenia mechanicznego dielektryków ceramicznych, przy małych naprężeniach mechanicznych, możliwe jest powstawanie defektów typu "wakancji" w miejscach ściskania dielektryka i "odpływanie" ich do obszarów poddawanych rozciąganiu. Wpływ wakancji na przewodnictwo elektryczne jest niejednoznaczny. Z jednej strony, powstawanie wakancji prowadzi do wzrostu zdefektowania dielektryka, co mogłoby stanowić przyczynę wzrostu przenikalności dielektrycznej. Jednak, jeśli powstające wakancje są mało ruchliwe, to mogą one stanowić ośrodki pułapkowania i wiązania nośników. W tym przypadku przewodnictwo dielektryka powinno się obniżyć. W związku z tym zagadnienie wpływu wakancji, powstających podczas niejednorodnego obciążenia mechanicznego dielektryka na jego przewodnictwo, powinno być rozpatrywane dla każdego przypadku oddzielnie.

Ponieważ w ceramice znajduje się dostatecznie duża ilość dyslokacji, będących dużym upływem dla wakancji, to stężenie wakancji powinno się stabilizować w czasie, zarówno w pierwszym, jak i drugim przypadku. Podczas stałego obciążenia zależność stężenia wakancji od czasu będzie mieć charakter wykładniczy, co prowadzi do wykładniczej zmiany przewodnictwa w obciążanym obszarze od czasu, którą można w przybliżeniu opisać wzorem:

$$\gamma_1 = \gamma_0 + (\gamma_\infty - \gamma_0)\left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)\right) \qquad (4.1)$$

Podobny charakter będzie miała również zmiana prądu upływu:

$$j = j + \Delta j\left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)\right) \qquad (4.2)$$

druga składowa w j odzwierciedla nierównowagową składową prądu, związaną z generacją nośników podczas obciążenia mechanicznego.

Jeśli razem z generacją nośników zachodzi zmniejszenie ich ilości w wyniku rekombinacji, wychwytywania na pułapkach lub

http://rcin.org.pl

nagromadzenia w wewnętrznych niejednorodnościach (dyslokacje, pęknięcia, granice ziaren, itp.), to nierównowagowa składowa wykładniczo się zmniejsza z odpowiadającą jej składową czasu τ_t, i stąd:

$$j=j_o+\Delta j(1-\exp(-\frac{t}{\tau}))\exp(-\frac{t}{\tau_r})=j_o+\Delta j\exp(-\frac{t}{\tau_o})-\Delta j\exp(-(\frac{1}{\tau}+\frac{1}{\tau_o})) \tag{4.3}$$

W ten sposób na stacjonarną składową prądu podczas mechanicznego obciążania będzie się nakładał impuls prądu utworzony dwoma wykładnikami. Przedni front impulsu jest formowany wykładnikiem ze stałą czasową $\tau_e = (1/\tau+1/\tau_r)^{-1}$, a tylni - wykładnikiem ze stałą czasową τ_t. Przedstawić go można w postaci:

$$\frac{j}{\Delta j} = \exp(-\alpha_r t)-\exp(-\alpha_e t) \tag{4.4}$$

gdzie $\alpha_r=1/\tau_r$, $\alpha_e=1/\tau_e$.

Maksymalna wartość impulsu prądowego

$$j_{max} = \Delta j\left(1-\frac{\alpha_r}{\alpha_e}\right)\left(\frac{\alpha_r}{\alpha_e}\right)^{\frac{\alpha_r}{\alpha_e-\alpha_r}} \tag{4.5}$$

odpowiada momentowi czasu:

$$t_{max} = 1(\alpha_r-\alpha_e)\ln(\alpha_r-\alpha_e) \tag{4.6}$$

Otrzymane wzory są słuszne dla przypadku stopniowego obciążania dielektryka. Aby uniknąć wpływu obcych procesów absorbcyjnych spowodowanego mechanicznym obciążeniem na wyniki pomiaru przewodnictwa, dielektryk powiniem być wytrzymany pod naprężeniem pomiarowym aż do ustalenia się prądu skrośnego i dopiero wtedy poddany mechanicznemu obciążeniu. W tym przypadku maksymalna wartość impulsu będzie określona intensywnością generacji defektów w dielektryku, ich ładunkiem i ruchliwością, a stała czasowa τ_r może wnosić informację o obszarach wzbudzonych lub

http://rcin.org.pl

o odległościach pomiędzy makroniejednorodnościami, jak to wynika ze wzoru dla gęstości prądu polaryzacji migracyjnej.

Często w praktyce, szczególnie podczas badań laboratoryjnych trwałej wytrzymałości mechanicznej, wygodniejsze jest stosowanie zwiększającego się obciążenia mechanicznego. W tym przypadku, stosując wzór nałożenia (całka Duhamela), otrzymujemy zależność o postaci:

$$j = j_o + a \cdot t - j_1(1 - \exp(-\alpha \cdot t) \qquad (4.7)$$

bez uwzględnienia tłumienia i z uwzględnieniem tłumienia:

$$j = j_o + a \cdot t \cdot \exp(-\alpha_r t) - j_1 \exp(-\alpha_r t) + j_2 \exp(-\alpha_e) \qquad (4.8)$$

gdzie a-stała, zależna od rodzaju materiału i szybkości narastania obciążenia.

Jeśli obciążenie rośnie liniowo w czasie T, a potem zatrzymuje się na pewnym poziomie, to na odcinku narastania zależność czasowa będzie opisana jak wyżej, a na odcinku wytrzymania:

$$j = j_o + j_1 + j_2[\exp(-\alpha \cdot t) - \exp(-\alpha(t-T)) \qquad (4.9)$$

bez uwzględnienia tłumienia, a z tłumieniem:

$$j = j_o + j_1 \exp(-\alpha_r t) + j_2[\exp(-\alpha_e t) - \exp(-\alpha_e(t-T))] \qquad (4.10)$$

Należy uwzględnić, że parametry j_1 i j_2, w zależności od sposobu obciążania, mogą mieć różne wartości.

Przy nieco wyższych obciążeniach mechanicznych rozpoczyna się ruch, a następnie powstawanie nowych dyslokacji. Wpływ tego procesu na przewodnictwo elektryczne będzie określony stosunkiem pomiędzy wychwytywaniem wakancji i jonów, uczestniczących w przewodnictwie elektrycznym, przez dyslokacje, oraz przenoszeniem ładunku naładowanymi dyslokacjami. Można założyć, że na przewodnictwo elektryczne będzie wpływać głównie wychwytywanie nośników przez dyslokacje i przewodnictwo wzdłuż dyslokacji, posiadających silne własności akceptorowe, które znacznie przewyższają przewodnictwo materiału.

http://rcin.org.pl

4.4. Wpływ powstawania pęknięć na przewodnictwo elektryczne

Jeszcze bardziej niejednoznaczny wpływ na przewodnictwo elektryczne mogą wywierać mikropęknięcia, które pojawiają się podczas dalszego wzrostu obciążenia.

Wpływ mikropęknięć na przewodnictwo elektryczne jest określony kierunkiem pęknięcia w stosunku do pola pomiarowego oraz stanem naładowania jego bocznych powierzchni. Jeśli powierzchnia pęknięcia jest neutralna i zorientowana w poprzek pola, to obecność takiego pęknięcia prowadzi do zmniejszenia efektywnego przekroju przepływu prądu. Oprócz tego, na pęknięciu może gromadzić się swobodny ładunek, tj. nasilić się polaryzacja migracyjna. Oba procesy powinny się przejawiać obniżeniem przewodnictwa. Jeżeli podczas otwarcia się pęknięcia jego boczne powierzchnie okażą się naładowane, to zbędny ładunek, w zależności od zgodności jego znaku z polarnością przyłożonego napięcia, będzie dyfundować i dryfować do objętości dielektryka. Ponieważ mikropęknięcia najczęściej powstają w miejscach nagromadzenia się dyslokacji, to inżektowany przez pęknięcie ładunek bardzo szybko będzie wychwytywany przez dyslokacje i jego wpływ na przewodnictwo elektryczne szybko się zmniejsza. W ten sposób, podczas powstawania mikropęknięcia, może być obserwowany pewien pik prądu, którego czas trwania jest związany z ruchliwością nośników, natężeniem pola, z uwzględnieniem pola ładunków objętościowych i stężenia dyslokacji wokół pęknięcia.

Wpływ wzdłużnych w stosunku do pola mikropęknięć, oprócz opisanych efektów, będzie zależał od stanu powierzchni pęknięcia. Atomy na powierzchni, wskutek obniżonej koordynacji, posiadają inne powinowactwo do elektronu, co prowadzi do powstania tammanowskich stanów powierzchniowych. Własne atomy powierzchniowe występują jako donory. Jeżeli rozpatruje się przewodnictwo jonowe, to można zauważyć, że akceptorowe lub donorowe jonowe stany powierzchniowe są kwasowymi lub zasadowymi centrami Lewisa.

Dla dielektryków z wiązaniami kowalencyjnymi, atomy powierzchniowe mają "oberwane" wiązania kowalencyjne. Osłabienie wiązań chemicznych powinno sprzyjać obniżeniu energii aktywacji

http://rcin.org.pl

przewodnictwa na powierzchni pęknięcia.

Bardzo duży wpływ na własności powierzchni mogą mieć jony H^+ i OH^-, powstające podczas dysocjacji wody. Jednak wskutek krótkotrwałości procesu pomiaru, trudno oczekiwać absorbcji większej ilości molekuł wody na powierzchni pęknięcia, szczególnie jeśli jest to pęknięcie wewnętrzne.

Jakościowa analiza wpływu na przewodnictwo elektryczne defektów, powstających podczas obciążania mechanicznego dielektryków, wykazuje, że głównym efektem, występującym przy tym, będzie wzrost przewodnictwa. Czasowe prawidłowości zmiany przewodnictwa są związane z mechanizmem procesu, prowadzącego do obserwowanych zmian. Niektóre z nich rozpatrzono powyżej.

Jeżeli w procesie otwierania się pęknięcia na przeciwnych jego brzegach, z jakiejkolwiek przyczyny, będą w przewadze powierzchniowe jony jednego znaku, to wraz ze wzrostem przewodnictwa może powstać silne pole elektrostatyczne. Rozpatrzymy zagadnienie możliwych zjawisk elektrycznych, związanych z tym polem.

Jeżeli przy otwieraniu się pęknięcia oba brzegi pokrywają się różnoimiennymi ładunkami elektrycznymi, a w procesie wzrostu pęknięcia brzegi rozsuwają się, to zachodzi wzrost potencjału elektrycznego. Wraz z jego wzrostem może nastąpić przebicie elektryczne odcinka pęknięcia. Podczas zniszczenia próbki brzegi pęknięcia rozchodzą się z bardzo małą szybkością (0,1 m/s) i staje się to zauważalne tylko wtedy, gdy pęknięcie przejdzie poprzez objętość całej próbki. Przy takim tempie podczas zniszczenia (około 400 μs) powstaje szczelina 0,04 mm. Powierzchnia odkrywających się płaszczyzn izoluje stopniami i nierównościami tego samego lub wyższego rzędu. Jeżeli uwzględnić przy tym lepkość powietrza, przewodzącego podczas przechodzenia przez wąską szczelinę, to można dojść do wniosku, że podczas zniszczenia powietrze praktycznie nie jest w stanie zapełnić objętości pęknięcia. Tak więc procesy elektryczne będą przebiegać w próżni.

Przede wszystkim ocenimy możliwość powstawania

http://rcin.org.pl

autoelektronowej (zimnej) emisji w poprzek pęknięcia. Ponieważ praca wyjścia elektronów materiałów dielektrycznych leży przykładowo w granicach od 3 do 8 eV, to dla emisji autoelektronowej konieczne są napięcia pola $10^{9} \div 10^{11}$ V/m. Napięcie pola elektrostatycznego jest związane zależnością $\sigma = \varepsilon_0 E$ z gęstością ładunku powierzchniowego, wywołującego to pole. Stąd dla powierzchniowego stężenia jonów, koniecznego do wywołania napięcia 10^{11} V/m, znajdujemy $n = \varepsilon_0 E/e = 5{,}53 \cdot 10^{18}\ m^{-2}$. Wielkość ta stanowi setne części gęstości powierzchniowej jonów w ceramice, co świadczy o możliwości powstawania autoelektronowej emisji pomiędzy brzegami pęknięcia w procesie jego otwierania.

W rzeczywistości, z danych pracy [12] wynika, że otwierające się pęknięcie wypromieniowuje strumień elektronów, przy czym są one przyspieszane napięciem rzędu 15÷40 kV. To napięcie najprawdopodobniej powstaje z ładunków, które znajdują się na brzegach pęknięcia.

Jednak rozpatrywany proces będzie szybko obniżać, polegającą na wzroście przewodnictwa, reakcję materiału na obciążenie mechaniczne. Rzecz w tym, że ładunki, wywołujące pole w pęknięciu, są skoncentrowane na samej powierzchni brzegów pęknięcia. Wskutek czego będą one przeciwdziałać przenikaniu elektronów w objętość materiału. Oprócz tego, powierzchniowe jony dodatnie są efektywnymi pułapkami elektronów. Zachodząca w wyniku wychwytywania elektronów dodatnimi jonami rekombinacja, prowadzi do obniżenia stężenia nośników prądu i do zmniejszenia przyrostu przewodnictwa elektrycznego, związanego z powstawaniem defektów w materiale obciążonym mechanicznie. Tak więc, obecności autoelektronowej emisji w otwierających się pęknięciach, nie można, jak widać, sprawdzić drogą pomiaru przewodnictwa statycznego. Więcej informacji mogą dać pomiary impulsów prądowych lub też szumów wysokoczęstotliwościowych metodami elektrycznymi lub też elektromagnetycznymi, o czym wspomniano już wyżej.

http://rcin.org.pl

4.5. Superpozycja dryfu defektów w polu elektrycznym i mechanicznym

Na zakończenie rozpatrzymy procesy powstawania i ruchu defektów z uwzględnieniem jednoczesnego oddziaływania na materiał pola naprężeń mechanicznych i pola elektrycznego. U podstawy rozważań leży fakt, że defekty powstają w wyniku fluktuacji energii cieplnej. Rola zarówno mechanicznych naprężeń, jak i pola elektrycznego sprowadza się do wywołania ukierunkowanego przemieszczenia się defektów, związanego z naruszeniem kształtu bariery potencjału mechanicznych oddziaływań, wskutek nałożenia potencjału pola elektrycznego:

$$W_e = -eEx \tag{4.11}$$

lub pola naprężeń mechanicznych:

$$W_m = -kFx \tag{4.12}$$

gdzie e - ładunek elektronu, E - napięcie pola elektrycznego, K - współczynnik strukturalny, F - siła mechaniczna.

Zarówno w pierwszym, jak i drugim przypadku, przyrost energii cząsteczki ΔW jest równy połowie pracy, wykonanej siłami zewnętrznymi na drodze, równej połowie odległości pomiędzy najbliższymi równowagowymi położeniami cząstek. Wskutek zakłócenia bariery, energia konieczna do przemieszczenia w polu obniża się o ΔW, a w kierunku przeciwnym zwiększa się o taką samą wielkość i przewaga cząstek dryfujących w polu w porównaniu do cząstek dryfujących w kierunku przeciwnym do pola, wyniesie:

$$\Delta n = 2n_o \exp\left(-\frac{W_a}{kT}\right) \mathrm{sh}\left(\frac{\Delta W}{kT}\right) \tag{4.13}$$

Wskutek tego, pod działaniem naprężeń mechanicznych, jak i pola elektrycznego, jest możliwe powstanie strumienia defektów, przy czym nie tylko posiadających ładunek, ale i naprężonych. Za strumień defektów odpowiada człon pola $\mathrm{sh}(\Delta W/kT)$.

Interesujące jest jedno oczywiste stwierdzenie; jeżeli defekty

http://rcin.org.pl

związane są z wejściem w położenia międzywęzłowe jonów jednego znaku, to dryf defektów może być stwierdzony na podstawie prądu elektrycznego w zewnętrznym obwodzie.

Równoczesne działanie mechanicznych naprężeń i pola elektrycznego daje:

$$\Delta n = 2an_o \exp(-\frac{W}{kT}) \operatorname{sh}[(\Delta W_e \pm f\Delta W_m)/kT \qquad (4.14)$$

gdzie znak + lub - i wartość f w granicach od 1 do -1 wybiera się w zależności od wzajemnej orientacji kierunku sił mechanicznych i elektrycznych. W słabszych polach (energia w polu znacznie mniejsza od energii cieplnej):

$$\Delta n = bn_o l(fF \pm eE)\exp(-W/kT) \qquad (4.15)$$

gdzie b - wspólczynnik wymiarowy.

Odpowiednia zależność, wskutek tego, że $\gamma = enu$, będzie miała miejsce dla przewodnictwa materiału w zadanych warunkach. Jednak, jeżeli siły mechaniczna i elektryczna są wzajemnie ortogonalne, to przewodnictwo zachowuje jedynie niejawną zależność od naprężenia mechanicznego, związaną ze wzrostem stężenia ruchliwych defektów.

http://rcin.org.pl

5. METODYKA WYKONANIA BADAŃ

5.1. Badane materiały

Do badań wybrano siedem rodzajów gęstych tworzyw ceramicznych (o porowatości otwartej bliskiej zeru), różniących się wyraźnie własnościami mechanicznymi i elektrycznymi:

1) porcelana elektrotechniczna, tworzywo produkcyjne z Zakładu Porcelany Elektrotechnicznej w Boguchwale,
2) Steatyt (SP-2), tworzywo produkcyjne Zakładu Ceramiki Radiowej w Warszawie,
3) Tworzywo alundowe (Al-90), produkcji Zakładu Ceramiki Radiowej w Warszawie,
4) Tlenek cynku, spiek otrzymany z ZnO techn. POCh-Gliwice,
5) Tlenek cynku z domieszką ZrO_2 i MgO,
6) Ferryt niklawo-cynkowy, tworzywo produkcyjne Zakładów Materiałów Magnetycznych POLFER w Warszawie,
7) Azotek krzemu Si_3N_4, spiekany pod ciśnieniem w Instytucie Problemów Materiałoznawstwa AN Ukrainy w Kijowie.

5.2. Opis aparatury doświadczalnej

Badania związków między naprężeniem mechanicznym w materiałach ceramicznych i procesami transportu ładunków elektrycznych w tych materiałach były wykonywane przy pomocy urządzenia, którego schemat blokowy przedstawiono na rys.5.1. Aparatura obejmuje prasę do mechanicznego obciążania próbek, liniowo narastającego w czasie, z zadaną szybkością, element pomiarowy, komplet aparatury do rejestracji obciążeń mechanicznych, sygnałów emisji akustycznej i przewodnictwa elektrycznego, analogowo-cyfrowy przetwornik do przetwarzania otrzymanych podczas pomiarów analogowych sygnałów, komputer IBM do automatycznej rejestracji danych, ich obróbki i przedstawienia w formie graficznej.

Stosowana do obciążania próbek maszyna wytrzymałościowa zapewnia przemieszczenie trawersy ze stałą szybkością od 0,01 do

http://rcin.org.pl

0,1 mm/s. Obciążenie mechaniczne było rejestrowane przy pomocy tensometru.

Do pomiaru emisji akustycznej zastosowano w tym urządzeniu czujnik połączony z piezoelektrycznym filtrem, pracującym przy częstości od 0 do 200 kHz. Oporność elektryczną mierzono elektronicznym teraomomierzem E6-13A, multimetrem typu V-563, bezpośrednio bądź za pomocą specjalnej przystawki produkcji IPPT. Wszystkie czujniki poprzez przetwornik analogowy łączono z komputerm IBM.

5.2.1. Pomiar oporności elektrycznej próbek

Badanie ceramicznych materiałów dielektrycznych z dużą objętościową opornością właściwą jest możliwe tylko przy zastosowaniu wzmacniaczy elektrycznych dużą opornością wejściową (powyżej $10^{10}\Omega$), zdolnych do rejestracji prądów $10^{-11}\div10^{-14}$A, przy małym poziomie szumów. Wymagania te spełnia teraomomierz E6-13A z zakresem pomiarowym od 10^{1} do $10^{14}\Omega$, przy maksymalnym błędzie nie większym od 10% przy górnym zakresie pomiarowym.

Podczas badania ceramicznych, półprzewodnikowych i przewodzących materiałów (ferryty, niemetaliczne azotki i węgliki, itp.) konieczny jest pomiar prądów w zakresie od 10^{-4} do 10^{1}A, przy znacznie niższych wymaganiach odnośnie oporności wejściowej przyrządu pomiarowego. W takich przypadkach stosowany był multimetr V-563, mierzący oporność od 1 do $10^{4}\Omega$ z błędem nie większym niż 10%.

Ponieważ badanie zależności pomiędzy obciążeniem mechanicznym i przewodnictwem elektrycznym materiałów ceramicznych wymaga pomiaru niewielkich zmian prądu stałego w dużych przedziałach czasowych, to jednym z podstawowych problemów metodycznych było zapewnienie stabilizacji przyrządów pomiarowych w czasie. Zmiana wskazań może być spowodowana zarówno płynięciem zera przyrządów pomiarowych, jak i procesami zachodzącymi w samych materiałach.

Rejestracja procesów elektrycznych w próbkach badanych materiałów wykazała, że dla ustalenia stacjonarnych warunków

http://rcin.org.pl

pomiaru przy poziomie oporności $10^{11}\Omega$ i niżej, wystarczy wytrzymanie przez 15 minut po włączeniu przyrządu. Każdy dalszy rząd wartości oporności powoduje konieczność około dwukrotnego wydłużenia czasu stabilizacji. Stwierdzono, że po ustabilizowaniu warunków, przyrządy pracują stabilnie zarówno na początku, jak w środku i na końcu skali. W chwili podłączenia próbki do źródła napięcia, w próbce zachodzą procesy polaryzacyjne, przebiegające przez dosyć długi czas, wynoszący około 100s dla próbek wysokoomowych i około 20s dla próbek niskoomowych. Procesy przejściowe zachodzące w przyrządach pomiarowych są również dosyć długie, przykładowo 30s dla teraomomierza i 15s dla multimetru, praktycznie niezależnie od wybranych zakresów pomiarowych.

Drugim czynnikiem, który może istotnie zniekształcić wyniki pomiarowe, jest poziom szumów własnych przyrządów pomiarowych. Jeżeli dla celów porównawczych przedstawi się wyniki pomiarów w postaci $(0\div999)\cdot10^{n}$, gdzie n może przyjmować wartość od 14 do 8, to amplituda szumów wynosi dla multimetra 0,02, teraomomierza -10, a przyrządu pomiarowego IPPT - 30, co w szeregu przypadków jest już współmierne z pomiarem właściwego sygnału.

Wartości przewodnictwa elektrycznego obliczono ze wzoru:

$$\gamma = t/(R\cdot F)$$

gdzie: R - mierzona oporność próbki, Ω
t - grubość próbki, m
F - powierzchnia elektrod, m^2.

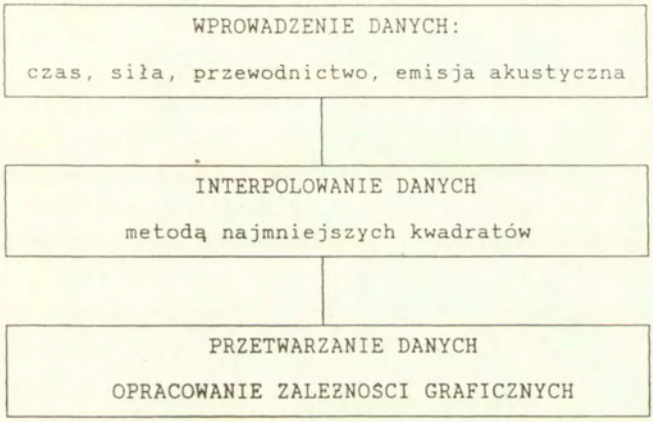
Wskazania przyrządów pomiarowych były rejestrowane co 0,1 s. Przed rozpoczęciem pomiaru ustalano dryf prądu w czasie dla danej próbki bez obciążenia mechanicznego, minimum 30 s. Ten "zerowy" odcinek przewodnictwa jest konieczny dla ekstrapolacji dryfu zera podczas pomiaru próbki. Przyrost przewodnictwa $\Delta\gamma$ jest zatem obliczany po odjęciu ekstrapolowanej wartości poziomu zerowego w danym momencie od wartości zmierzonej.

Sterowanie tym zbiorem danych jest wykonywane przy pomocy specjalnie opracowanego programu, realizującego przepytywanie

http://rcin.org.pl

portów z częstotliwością 10 razy na sekundę i zapisującego dane na dysku. Natychmiast po przeprowadzeniu doświadczenia można wyświetlić w programie graficznym zależności czasowe siły, naprężenia i sygnałów emisji akustycznej. Dalsza obróbka wyników dokonywana jest przy pomocy innych programów.

Przybliżony schemat strukturalny programu graficznego (opr.A.E.Rogaczew, IPM AN Ukrainy w Kijowie) ma postać:



5.2.2. Mechaniczne obciążanie próbek

Zastosowano trójpunktowy schemat obciążania próbek o kształcie beleczek. W celu wybrania optymalnej metodyki, zbadano trzy sposoby mechanicznego mechanicznego obciążania próbek:

- zwiększenie obciążenia do określonej wartości, wytrzymanie przy tej wartości obciążenia przez czas, równy czasowi narastania, zwiększenie obciążenia do następnej wartości, nowe przetrzymanie, itd. (rys.5.2).
- zwiększenie obciążenia do określonej wartości, obniżenie go do zera, zwiększenie obciążenia z tą samą szybkością do dwukrotnej

http://rcin.org.pl

wartości obciążenia pierwotnego, ponowne obniżenie do zera, itd. (rys.5.3).

- ciągłe zwiększanie obciążenia od zera do obciążenia niszczącego ze stałą szybkością przesuwu trawersy (rys.5.4).

Ponieważ w warunkach doświadczenia szybkość deformacji równa jest szybkości przemieszczania trawersy i podpory i jest stała, to nieliniowość wzrostu siły w zależności od czasu (rys.5.4) prawdopodobnie nie jest świadectwem braku sztywności układu obciążającego, a odzwierciedla zmianę mechanicznych własności próbki. Potwierdza to zmiana nachylenia zależności F(t) po wytrzymaniu próbki pod obciążeniem (rys.5.2). Dla badanych materiałów stosunek F(t)/t może zmieniać się o rząd wielkości. Bardziej szczegółowa analiza tego zjawiska zostanie przedstawiona poniżej.
Porównamy pomiary przewodnictwa elektrycznego podczas mechanicznego obciążania próbek według każdego z opisanych schematów.

W przypadku zwiększenia obciążenia według schematu narastania ze stałą szybkością, prawidłowości zmian przewodnictwa w procesie obciążania przedstawiono na rys.5.5-5.7. Podczas pierwszego obciążenia obserwuje się istotny wzrost przewodnictwa, przechodzący w spadek w procesie wytrzymania, jednak nie do zera, a do ustalonej wartości, wynoszącej około 39% maksymalnego przyrostu. Podczas zwiększenia obciążenia po pierwszym stopniu, o taką samą wielkość, przyrost przewodnictwa jest zwykle mniejszy, a szybkość zanikania na drugim stopniu większa aniżeli na pierwszym. Taki sam obraz obserwuje się w dalszych cyklach. W cyklu poprzedzającym zniszczenie może występować skok przewodnictwa związany z szybkim zwiększeniem stężenia defektów wskutek zrywania wiązań w materiale.

Należy zauważyć, że podczas stopniowego obciążania, intensywana emisja akustyczna jest obserwowana tylko podczas wzrostu obciążenia. W stadium wytrzymania przy stałej wartości obciążenia impulsy emisji akustycznej są znacznie rzadsze, i amplituda ich znacznie mniejsza (rys.5.7).

Podczas obciążania próbki według schematu: liniowy wzrost obciążenia - spadek do zera, znowu wzrost, lecz do wyższego

http://rcin.org.pl

poziomu, spadek i tak dalej, przewodnictwo w każdym cyklu wzrasta z tendencją do zmniejszającego się wzrostu i do nasycenia lub pewnego spadku przy większych wartościach obciążenia. Podczas tworzenia się głównego pęknięcia można obserwować zwiększenie czułości przewodnictwa na obciążenie mechaniczne, jednak następnie opisana wyżej zależność ustaje.

Wskutek polaryzacji migracyjnej próbki, przyrost przewodnictwa w obszarze niskich obciążeń , poczynając od pewnego cyklu, zmienia znak. Obserwuje się również pojawienie się efektu progowego. Jeśli, na przykład, w poprzednim cyklu siła była zdjęta przy 220 N, to w następnym cyklu zmiana przewodnictwa rozpoczyna się od 170 N, co wynosi około 70% w stosunku do maksymalnej wartości siły, osiągniętej w cyklu poprzednim.

Typowe zależności przewodnictwa elektrycznego, emisji akustycznej i obciążeń mechanicznych od czasu podczas liniowego przyrostu obciążenia, od zera do zniszczenia, pokazano na rys.5.4 i 5.8. Ponieważ czynnikiem oddziaływującym w tych badaniach była siła, to bardziej dogodnym jest przedstawienie pierwszych dwu czynników w funkcji siły (rys.5.9, 5.10). Zależność przewodnictwa od obciążenia dla tego przypadku ma postać krzywych z nasyceniem lub z rozmytym maksimum. Początkowy odcinek może mieć charakter subliniowy, liniowy lub nadliniowy, prawdopodobnie w zależności od początkowej jakości próbki.

Dla wszystkich próbek obserwuje się mniej lub bardziej wyraźną cykliczność przewodnictwa, krzywa składa się z odcinków w kształcie S. Jak to zostanie wykazane poniżej, informacja niezbędna do prognozowania wytrzymałości ceramiki zawarta jest już w pierwszym odcinku, któremu odpowiada maksymalna wartość siły, wynosząca 10-20% obciążenia niszczącego, co nie przekracza zwykłych warunków eksploatacyjnych.

Z porównania otrzymanych wyników można wnioskować, że najwyraźniejsze i prawidłowe pomiary przewodnictwa elektrycznego podczas obciążania mechanicznego próbek są obserwowane przy schemacie liniowego narastania obciążenia. W tym schemacie zostały więc przeprowadzone dalsze badania.

http://rcin.org.pl

5.3. Wybór właściwych parametrów

Do badania zależności korelacyjnych i regresyjnych pomiędzy przewodnictwem elektrycznym i obciążeniem mechanicznym wybrano parametry charakteryzujące pierwszy S-owaty odcinek zależności $\gamma(t)$ i odpowiadające mu odcinki F(t) oraz emisji akustycznej od czasu.

Według krzywej $\gamma(t)$ określono maksymalny przyrost przewodnictwa dG_1 na pierwszym odcinku i szybkość narastania przewodnictwa na jego części liniowej b. Według zależności F(t) oznaczano wartość siły F_1, odpowiadającą maksymalnemu przyrostowi dG_1, czas osiągnięcia połowy tej wartości t_f. Do liczby parametrów włączono również całkowitą ilość impulsów emisji akustycznej na pierwszym odcinku E_{11} i ilość impulsów na liniowej części tego odcinka E_{1l}.

Przy pomocy wybranych parametrów oceniano prawidłowość przebiegu doświadczenia i wychwytywano odchylenia od normy, związane przede wszystkim z jakością mechanicznych, elektrycznych i akustycznych kontaktów.

Wskutek odchyleń od płaskorownoległości lub nieprawidłowości ustawienia próbki, możliwe jest pojawienie się efektu braku sztywności układu. W tym przypadku obniża się szybkość narastania siły, wzrasta wartość parametru t_f i siły F_f. Analiza danych wykazuje, że próbki z wartością iloczynu $F_f \cdot t_f$ większą od 2100, nie powinny być brane pod uwagę przy obróbce danych.

Przy naruszeniu kontaktu elektrycznego obniża się zarówno absolutna wartość przewodnictwa, jak i szybkość jego narastania podczas obciążenia mechanicznego. Kryterium dla obróbki próbek z powodu złego kontaktu elektrycznego jest warunek dG_1/F_1 mniejsze 0,1Sm/N. Jakość kontaktu akustycznego można scharakteryzować bezpośrednio ilością impulsów emisji akustycznej na pierwszym odcinku. Nie powinna być ona mniejsza od 5.

http://rcin.org.pl

6. DYSKUSJA WYNIKOW

6.1. Prawidłowość pomiaru przewodnictwa elektrycznego i emisji akustycznej podczas obciążenia mechanicznego

Dla wszystkich badanych materiałów, jak można było tego oczekiwać na podstawie rozważań teoretycznych, wraz z pojawieniem się emisji akustycznej podczas obciążenia mechanicznego obserwuje się wzrost przewodnictwa elektrycznego. Charakter zależności przyrostu przewodnictwa dG od przykładanej do próbki siły F oraz związek pomiędzy przyrostem przewodnictwa elektrycznego dG a intensywnością emisji akustycznej EA jest różny dla różnych materiałów.

Typowa zależność dG i EA od siły F dla wysokoomowych ferrytów została pokazana na rys.6.1. Cechą charakterystyczną tej zależności jest obecność początkowego odcinka, na którym nie obserwuje się reakcji materiału ("czułości") na badane parametry, tj. przewodnictwo elektryczne i EA, podczas obciążania mechanicznego. Długość tego odcinka odpowiada kilkudziesięciu N. Następnie przewodnictwo wzrasta liniowo ze wzrostem obciążenia aż do zniszczenia. Emisja akustyczna, w większości próbek, również powstaje dopiero przy obciążeniach przekraczających pewną wartość F, zmienną dla poszczególnych próbek. Intensywność EA ma tendencję wzrostową wraz ze wzrostem obciążenia, chociaż zaznacza się ona słabo.

Dla ferrytów niskoomowych (rys.6.2) ogólny charakter zależności pozostaje taki sam, jednak wzrost intensywności EA wraz z obciążeniem, szczególnie w obszarze większych obciążeń, jest wyraźniejszy. Ogólna intensywność EA jest w tym przypadku znacznie większa, a wytrzymałość mniejsza niż dla ferrytów wysokoomowych.

Liniowy wzrost przewodnictwa przy niskim poziomie emisji akustycznej i braku strefy "nieczułości" oraz wzajemnego związku między dG i EA, obserwuje się dla materiałów na osnowie cynku (rys.6.3). Przy modyfikacji jego tlenkiem cyrkonu zachowuje się liniowy charakter narastania przewodnictwa elektrycznego, jednak w

http://rcin.org.pl

niektórych próbkach, dla których charakterystyczny jest równomiernie niski poziom EA w zależności od dG(F), wyraźnie zaznacza się nasycenie (rys.6.4). Inną charakterystyczną cechą próbek modyfikowanych ZrO_1 jest większa wrażliwość na powstawanie pęknięć, z zasady powstawaniu pęknięcia towarzyszy silny sygnał akustyczny i wyraźne, lokalne obniżenie przewodnictwa elektrycznego (rys.6.5÷6.7). Powstanie pęknięcia nie musi od razu prowadzić do zniszczenia (rys.6.4). Pęknięcie może zatrzymać się, a dalsze zniszczenie próbki będzie związane z jego wzrostem (rys.6.5), wyrażającym się słabą emisją akustyczną i szybszym, aniżeli do momentu powstania pęknięcia, wzrostem przewodnictwa próbki. Możliwe jest również powstawanie innych pęknięć (rys.6.6), przy tym nachylenie dG(F) zmienia się słabiej. Na rys.6.7 pokazano przykład próbki, w której powstało mnóstwo małych pęknięć, a następnie jedno duże, którego powolny wzrost doprowadził do zniszczenia.

Dla ceramicznych materiałów konstrukcyjnych na osnowie tlenku glinu (rys.6.8), steatytu (rys.6.9) i azotku krzemu (rys.6.10) impulsy emisji akustycznej wykazują tendencję do grupowania się. Szczególnie wyraźnie gwałtowny charakter zniszczenia przejawia się w ceramice steatytowej. Odpowiedzią na intensywne powstawanie pęknięć jest pojawienie się lokalnych maksimów i minimów w zależności dG(F) dla ceramiki korundowej i steatytowej. W tym ostatnim przypadku obserwuje się również określoną periodyczność ich rozkładu. Azotek krzemu różni się od omówionych materiałów wyraźną monotonnością zależności dG(F), świadczącej o tym (przy uwzględnieniu niższej intensywności emisji akustycznej), że zniszczenie azotku krzemu zachodzi z utworzeniem sieci drobnych pęknięć.

Na zależności dG(F) dla materiałów konstrukcyjnych są wyraźnie widoczne odcinki w kształcie litery S, których parametry zostały wykorzystane dla opracowania funkcji regresji wytrzymałości mechanicznej na zginanie badanych materiałów. Dla innych materiałów odcinki te można wydzielić przy rozpatrywaniu zależności w większej skali.

http://rcin.org.pl

6.2. Opracowanie funkcji regresji wytrzymałości

W statystycznej obróbce danych główną uwagę zwraca się zwykle na ocenę charakterystyk położenia (średnie arytmetyczne, mediana, moda) i rozrzutu (średnie kwadratowe odchylenie, dyspersja, rozpiętość) lub na taką całościową charakterystykę jak funkcja rozkładu. Podejście oparte na ocenie rodzaju i parametrów funkcji rozkładu jest najlepsze, ponieważ rodzaj funkcji rozkładu zwykle może być związany z określonym wyobrażeniem o prawidłowości badanego zjawiska.

Na przykład, przy oddziaływaniu dużej liczby stosunkowo słabych, niezależnych od siebie faktów, wartości wielkości losowych układają się w normalną funkcję rozkładu. Logarytmiczna, normalna funkcja rozkładu wielkości losowych jest charakterystyczna dla wartości wytrzymałościowych i czasowych charakterystyk z umocnieniem w procesie starzenia elementów. Funkcja rozkładu Weibulla znajduje zastosowanie w tym przypadku, kiedy wartość wielkości losowej jest najsłabszym ogniwem, co jest w szczególności znamienne dla charakterystyk wytrzymałościowych przy badaniach krótkotrwałych. Oczywiście nie zawsze można znaleźć jasne uzasadnienie rodzaju funkcji rozkładu wielkości losowej, jednak jeżeli to się uda, to bardzo istotnie upraszcza się interpretacja otrzymanych wyników.

Jeżeli zakłada się wykorzystanie danej wielkości losowej jako czynnika niezależnego przy opracowywaniu funkcji regresji, to należy zastanowić się na takim jej przedstawieniem, które zapewnia największy przedział zmienności wokół wartości średniej. W szeregu przypadków zapewnia to uzyskanie znacznie wyższej wartości współczynnika korelacji z wartością zależną i większą adekwatność funkcji rozkładu. Przypadek ten zostanie zilustrowany poniżej.

Przy rozpatrywaniu jakościowego obrazu zniszczenia materiałów ceramicznych wydzielono szereg parametrów, wnoszących kompleksową informację o charakterystykach oddziaływania i reakcji materiału na to oddziaływanie. Do nich zalicza się szybkość narastania

http://rcin.org.pl

przewodnictwa w zależności od przyłożonego obciążenia na początkowym odcinku krzywej (nachylenie pierwszego odcinka) b, przyrost przewodnictwa dG_1, oraz wartość siły F_1 w punkcie, odpowiadającym pierwszemu maksimum w zależności G(F), wartość czasu t_1 osiągnięcia połówkowej wartości siły maksymalnej $F_1=F_1/2$, ilość impulsów emisji akustycznej na części liniowej pierwszego odcinka E_{1l} i całkowita ilość impulsów emisji akustycznej na pierwszym odcinku E_{1}.

Celem doboru spośród wymienionych parametrów takich, które najlepiej są związane z własnościami mechanicznymi, odpowiednich dla opracowania funkcji regresji i dla zmniejszenia liczby czynników wchodzących do funkcji regresji, konieczne jest zbadanie stopnia ich korelacji z prognozowaną wielkością, a w danym przypadku z siłą zginania F_{i1}, oraz między sobą. Ponieważ rodzaj funkcji jest nieznany, to rozpatrzymy dwa równania, znajdujące najszersze zastosowanie w liniowej analizie regresyjnej funkcji: liniowe i paraboliczne.

Funkcja liniowa w najogólniejszej postaci może być przedstawiona następująco:

$$y=a_1\cdot x_1+a_2\cdot x_2+\ldots+a_i\cdot x_i+b_1\cdot f_1(x_1)+b_2\cdot f_2(x_2)+\ldots+c_1\cdot\phi_1(x_1,x_2)+\ldots,$$

gdzie: y - zmienna zależna, x_1, $x_1\ldots x_i$ - zmienne niezależne,
$a_i,\ldots$, $b_i,\ldots$, $c_i,\ldots$ - obliczone współczynniki regresji.

Opracowane są algorytmy do wyliczenia współczynników regresji a, b, c zarówno w sposób ręczny, jak i przy pomocy komputera. Rodzaj funkcji $f(x)$, $\Phi(x_i,x_j)$ i innych włączonych do równania regresji, dobierany jest w każdym konkretnym przypadku metodą prób i błędów, jak również współczynniki wchodzące do tych funkcji.

Funkcja paraboliczna ma postać:

$$y=a\cdot x_1^{n1}\cdot x_2^{n2}\cdot\ldots\cdot f_1(x_1)\cdot\ldots\cdot\phi_1(x_1,x_2)\cdot\ldots.$$

Sprowadza się ona do addytywnego logarytmowania, po czym można standardowymi metodami określić a i n_i, jednak uwagi odnośnie

http://rcin.org.pl

trudności z doborem rodzaju funkcji i ich wewnętrznych współczynników, opisane poprzednio, odnoszą się i do tego przypadku.

W prostym przypadku funkcja liniowa jest liniową w odniesieniu do x, a paraboliczna w odniesieniu do ln(x). Przy uwzględnieniu nieliniowości logarytmu w tych dwu przypadkach, współczynniki korelacji będą różne i sprawdzenie współczynników jest konieczne zarówno w skali liniowej jak logarytmicznej. Dla otrzymanych danych z badań partii 48 próbek różnych rodzajów materiałów ceramicznych (porcelana, ferryt, azotek krzemu i in.) przytoczono w tablicy 6.1 odpowiednie współczynniki korelacji pomiędzy zmiennymi zależnymi i niezależnymi.

Tablica 6.1 Współczynniki korelacji R między zmiennymi niezależnymi i zależnymi i wytrzymałością na zginanie F.

x	F_1	F_2	t_2	dG_1	b	E_{13}	E_{11}
R(x)	0,60	0,48	0,13	0,18	-0,4	0,25	0,22
R[ln(x)]	0,44	0,29	0,16	0,74	0,45	0,18	0,19

Zwraca uwagę pogorszenie korelacji między logarytmami F_{12} i F_1, F_2, E_{13} oraz E_{11}, które można powiązać ze zmniejszeniem zmienności F_{12}. W skali liniowej współczynnik wariancji (stosunek średniego kwadratowego odchylenia od wartości średniej) dla F_{12} wynosi 0,47, a w skali logarytmicznej 0,1. Współczynniki wariancji dla F_1, F_2, E_{13} oraz E_{11} także się zmniejszają 4,5 - 6,3 razy. Dla zmiennych b i t_2 współczynnik wariancji obniża się mniej niż o trzy razy, a dla dG_1 - 1,4 raza. Tak małe obniżenie współczynnika wariancji z jednoczesnym wyprostowaniem zależności $dG_1(F)$ i istotną normalizacją rozkładu, sprzyja szybkiemu wzrostowi współczynnika korelacji między F_{12} i dG_1 od 0,18 do 0,74.

Jeżeli w funkcji liniowej istotne na poziomie ufności 0,05 współczynniki korelacji z F_{12} mają F_1, F_2 i b, to w funkcji

http://rcin.org.pl

logarytmicznej dodaje się do nich dG_1, przy czym związek okazuje się bardziej ścisły, niż dla omawianych wyżej zmniennych.

Sprawdzenie wzajemnego związku niezależnych czynników (tablica 6.2) wykazało, że w funkcji regresji można ograniczyć się do dwu zmiennych F_1 i dG_1, ponieważ F_2 i t_2 dobrze koreluje z F_1, a parametr b z dG_1.

Tab. 6.2 Współczynniki wzajemnej korelacji zmiennych niezależnych

Wybrany czynnik	Pozostałe czynniki						
	F_1	F_2	t_2	dG_1	b	E_{i3}	E_{i4}
F_1	1	0,92	0,51	0,024	-0,24	0,08	0,07
dG_1	0,024	-0,10	-0,17	1	0,75	0,19	0,16

Dla uściślenia wyboru niezależnych czynników pożyteczne jest również zbadanie cząstkowych korelacji F_{iz} z czynnikami niezależnymi, to jest rzeczywistej korelacji każdego z czynników niezależnych z pozostałymi, otrzymanymi przy eliminacji udziału wszystkich innych czynników (tab.6.3).

Tablica 6.3 Współczynniki korelacji cząstkowej niezależnych czynników z F_{iz}.

Parametr	F_1	F_2	t_2	dG_1	b	E_{i3}	E_{i4}
R(x)	0,37	0,06	-0,21	0,002	0,06	0,14	-0,09
R[ln(x)]	0,15	0,03	0,13	0,63	-0,27	0,12	-0,11

Z tab.6.3 wynika, że czynnik b może być włączony do funkcji logarytmicznej. Czysto logarytmiczna funkcja dwóch zmiennych ma postać:

$$\ln(F_{iz}) = 4,41 + 0,41 \cdot \ln(F_m) + 0,286 \cdot \ln(dG_m)$$

i odpowiada jej współczynnik korelacji R=0,66.

http://rcin.org.pl

Po włączeniu do tej funkcji parametru b otrzymujemy:

$$\ln(F_{iz} = 4,23 + 0,324 \cdot \ln(F_m) + 0,39 \cdot \ln(dG_m) - 0,12 \cdot \ln(b)$$

i odpowiada jej współczynnik korelacji R=0,68.

Można osiągnąć pewne uściślenie funkcji, jeżeli przyjmiemy, że F_i miało lepszą korelację z F_{iz} w skali liniowej.

Dla funkcji mieszanej otrzymujemy:

$$\ln(F_{iz}) = 5,58 + 1,63 \cdot F_m + 0,39 \ln(dG_m) - 0,12 \ln(b)$$

z R=0,69.

Istotne zwiększenie współczynnika korelacji R do 0,77 można osiągnąć przez wprowadzenie do funkcji razem z $\ln(dG_i)$ odpowiedniego członu liniowego. Tak więc najdokładniejsza funkcja regresji do prognozowania wytrzymałości na zginanie próbek ceramicznych, przy liniowo narastającym obciążeniu, ma postać:

$$\ln(F_{iz}) = 5,76 + 1,58E\text{-}3 \cdot F_m - 0,014 dG_m + 0,48 \ln(dG_m) - 0,085 \ln(b)$$

lub

$$F_{iz} = 5,76\, dG_m^{0,48} \cdot b^{0,085} \cdot \exp(1,58E\text{-}3 \cdot F_m - 0,014 dG_m)$$

Na koniec należy podkreślić, że tak wysoka wartość R z uwzględnieniem faktu, że w zbiór badanych próbek wchodziły materiały ceramiczne o bardzo różnym składzie, świadczy o tym, że związek między mechanicznymi i elektrycznymi charakterystykami materiałów ceramicznych ma charakter ogólny.

http://rcin.org.pl

Literatura

1. J.Raabe, E.Bobryk, W.Petrovsky, Z.Ranachowski, Mater. Elektron. 1992, 2(78), s.34.

2. J.Ranachowski, F.Rejmund, Z.Librant, Prace IPPT, Warszawa 1992, nr 28.

3. Ju.I.Golovin, T.P.Djaček, Mechanizm nakoplenija i relaksacii zarjadov v ionnych dielektrikach pri razrušenii. Tezisy dokladov konferencij, serija 6, Materialy, vypusk 2(278); Processy elektroperenosa i elektrofizika neodnorodnych dielektrikov (Materialy 6 Vsesojuznoj konferencii po fizike dielektrikov, Nojabr' 1988, CNII "Elektronika" 1988, s.37.

4. P.V.Egorov, V.V.Ivanov, L.A.Kolpakova, Svjaz' parametrov elektromagninogo izlučenija s mechaničeskimi i električeskimi charakteristikami neprozračnych dielektrikov, ibid s.89.

5. V.F.Gordeev, Ju.P.Malyškov, Defektoskopija dielektričeskich materialov po ich elektromagnitnoj emissii. Tezisy dokladov konferencij, serija 6, Materialy, vypusk 3; Elektrofizika neodnorodnych dielektrikov (Materialy 6 Vsesojuznoj konferencii po fizike dielektrikov, Nojabr' 1988, CNII "Elektronika" 1988, s.32.

6. A.A.Poljakov, Technologija keramičeskich radioelektronnych materialov, Radio i svaz' 1989, s.200.

7. V.V.Bolotin, Resurs mašin i konstrukcij, Mašinostroenie 1990, s.448.

8. Razrušenie, t.7. Razrušenie nemetallov i kompozitnych materialov, cz.2, pod red. G.Libovica, Mir 1976, s.470.

9. V.M.Finkel', Portret treščiny, Metallurgija 1989.

10. P.Rebinder, Z.Phys. 1931, 72, s.191.

11. J.Raabe, E.Bobryk, Mater.Elektron. 1991, 3(75), s.22.

12. G.Wotting, G.Ziegler, Powd.Met.Intern. 1986, v.18, nr 1, s.25.

13. I.M.Fedorčenko, Enciklopedija neorganičeskich materialov, Kiev, Naukova Dumka 1977.

14. T.V.Kosolapova, Nemetalličeskie tugoplavie soedinenija, Metallurgija 1985, s.224.

15. G.G.Gnesin, Keramičeskie instrumental'nye materialy, Kiev, Technika 1991, s.59.

16. R.I.Sokel, J.Phys.and Chem.Solids, 1980, v.41, 8, s.899.

http://rcin.org.pl

17. V.M.Perga, Akustoemissionnye metody issledovanija tverdych tel, Kiev, UMK VO 1988.

18. W.Petrovsky, Strukturnye osobennosti i elektrofizičeskie svojstva dielektričeskich kompozicionnych materialov na osnove nitrida kremnija, Dissertacija, Kiev 1983.

19. J.Raabe, E.Bobryk, Mater.Elektron. 1992, 1(77), s.40.

20. A.Opilski, F.Witos, w: Problemy współczesnej akustyki, pod red. J.Ranachowskiego, Warszawa, IPPT PAN 1991.

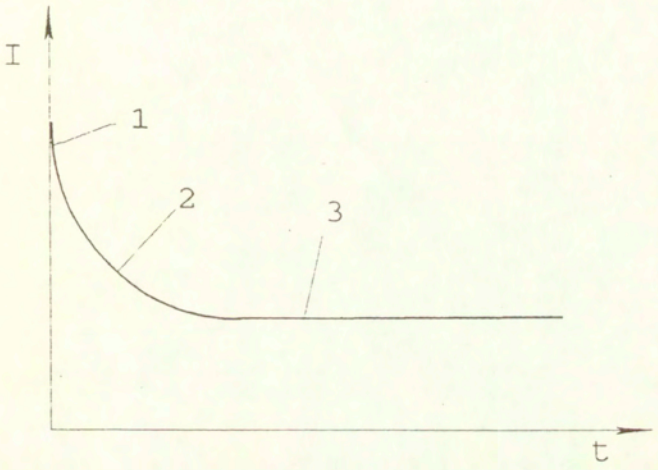
http://rcin.org.pl

Tabl.5.1 Zestawienie wynikow pomiarow przewodnictwa elektrycznego i emisji akustycznej probek roznych tworzyw ceramicznych.

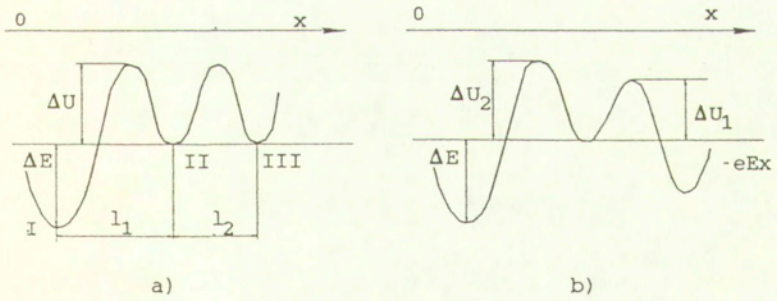
Tworzywo	Probka	Fkr	Fm	Fp	tp	dGm	b	Eab	Eam
porcelana elektrotechniczna	PORC13	1500	151.6	101.3	17.7	5.8	0.00027	32	913
	PORC14	900	83	45.1	12.1	38	0.685	137	99
	PORC15	1520	215.8	114.5	15.9	10.8	0.062	94	107
	PORC15A	1840	104	47.32	9	9.97	0.087	249	314
	PORC17	1540	164	52.3	12.1	14	0.108	484	197
	PORC19	1483	78.7	52	9	11	0.311	32	85
	PORC20	1420	123	49	26.6	48	0.079	4905	4905
	PORC21	1540	207	137	25.1	5	0.0018	1751	2328
	PORC23	1323	65.9	99.2	14.9	19.5	0.114	58	71
	PORC24	1340	140	149.8	15.5	1.55	0.02	53	53
	PORC25	1573	300	229.7	24.3	7.2	0.07	554	999
	PORC26	1640	93.3	36.5	17.9	6.4	0.051	48	48
	PORC27	1520	153.9	90.7	10	19.07	0.152	2552	2552
	PORC28	1414	272	95.4	10.5	15.2	0.052	328	328
	PRC35	1140	82.5	50.5	17.8	34.52	0.48	2	20
	PRC38	1230	111.5	69.5	9.1	26.07	0.34	24	24
	PRC40	1030	154	121	35	16.42	0.178	7	18
	PRC43	1710	155.8	92	17.4	5.95	0.05	103	66
	PRC44	1580	44.9	27.48	12.9	18.4	0.097	7	20
	PRC45	1380	131	63	13.2	62	0.436	206	206
	PRC46	1530	95	101.86	21.2	44.22	0.259	24	34
	PRC48	1410	181	120.9	16.9	26.5	0.256	935	1324
	PRC49	1410	134.9	73.1	10.5	55.6	0.41	79	25
steatyl	SP267	1210	120	60.7	7.7	14.01	0.172	11	15
	SP272	1430	285.6	126.8	14.5	109.5	0.486	563	800
tworzywo alundowe	AL382	3320	320	170	6.7	23.15	0.0604	3884	3884
	AL384	2160	290	167	4.9	40.4	0.174	2080	2187
tlenek cynku	ZN49	1140	156.7	65.1	5.5	15.1	0.08	118	118
	ZN041	2270	520	312.5	14.2	28.7	0.061	67	155
tlenek cynku + tlenek cyrkonu + tlenek magnezu	JM10	1190	139.6	76.7	19.2	8.3	0.081	104	104
	JM2	1450	376	170.8	30.8	41	0.101	936	936
	JM4	1350	210.6	104.6	31.9	12	0.056	247	247
	JM5	1320	468.2	292.7	66.3	2.4	0.0062	339	369
	JM6	1280	290.9	185.5	41.9	0.752	0.003	360	360
	JM7	1320	239.1	115.2	21.8	0.44	0.0019	236	236
	JM8	1062	215.7	172.2	40.3	1.84	0.0109	1428	1609
ferryl	2_20M	860	90.3	41	4.3	4.5	0.047	43	45
	4_2_17K	150	101	67	10.7	0.023	0.00031	273	440
	6_210K	253	100	86.7	11.9	0.09	0.0035	250	250
	F1	820	303	180	21	2.8	0.0127	103	103
	F1_1A	140	106.9	79.2	9	0.4	0.0044	84	84
	F1_1B	160	140	123	13.4	0.25	0.0033	4	6
	F2_1	320	75.25	44.6	12.3	0.68	0.0112	354	359
	F3	722	120	93.9	8.3	2.8	0.0182	1458	2500
azotek krzemu	S502	2800	480	278	35.2	9.74	0.024	168	193
	S583	1780	300	140	3.4	28.77	0.103	103	103
	S501	2550	271	113.4	15.2	12	0.047	41	41
	S501A	2380	344	224	28	5.6	0.0212	151	151
	S507	2843	587	293	37.2	8.3	0.0163	454	454

Fkr [N] – sila niszczaca
Fm [N] – wartosc sily odpowiadajaca przyrostowi dGm
Fp [N] – sila w czasie tp
tp [s] – czas osiagniecia polowy wartosci dGm
dGm – maksymalny przyrost przewodnictwa na pierwszym odcinku krzywej $\sigma(t)$
b – szybkosc narastania przewodnictwa (nachylenie liniowego odcinka krzywej $\sigma(t)$)
Eam – calkowita ilosc impulsow emisji akustycznej na pierwszym odcinku $f(t)$
Eab – ilosc impulsow emisji akustycznej liniowej czesci $\gamma(t)$

http://rcin.org.pl

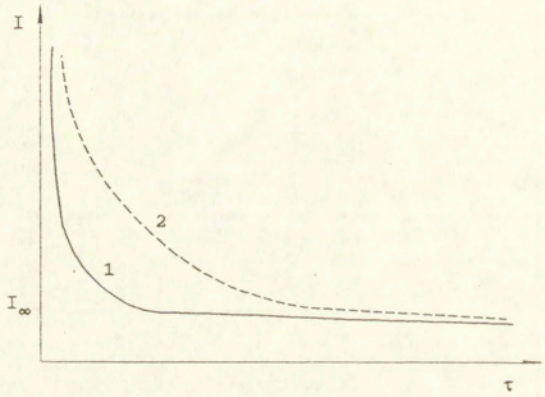


Rys.3.1 Zależność prądu upływu przepływającego przez dielektryk od czasu: 1-prąd polaryzacyjny, 2-prąd absorbcyjny, 3-prąd skrośny.



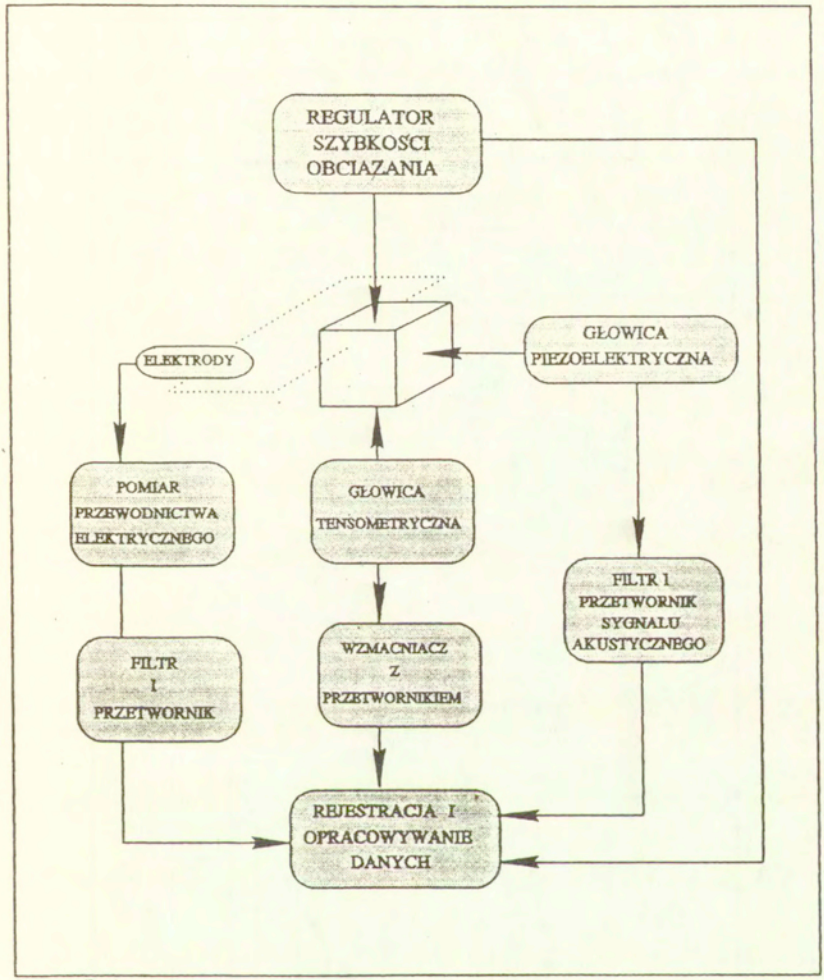
Rys.3.2 Dryf defektu w polu elektrycznym

http://rcin.org.pl



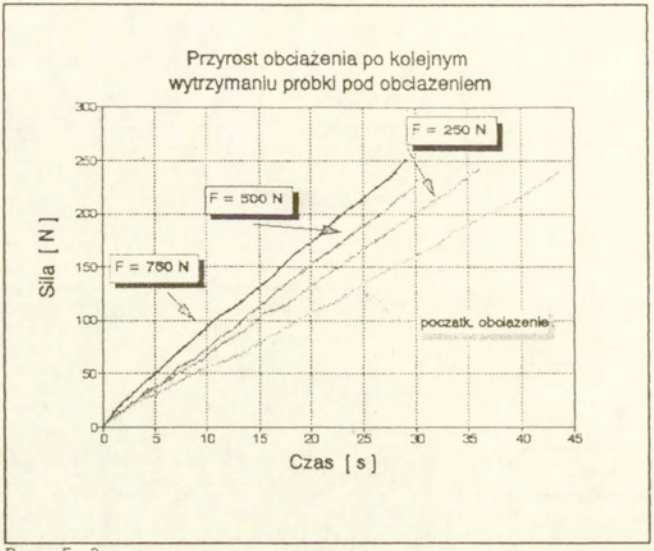
Rys.3.3 Zależność prądu upływu od czasu przy stałej, jednobiegunowej iniekcji nośników.

http://rcin.org.pl

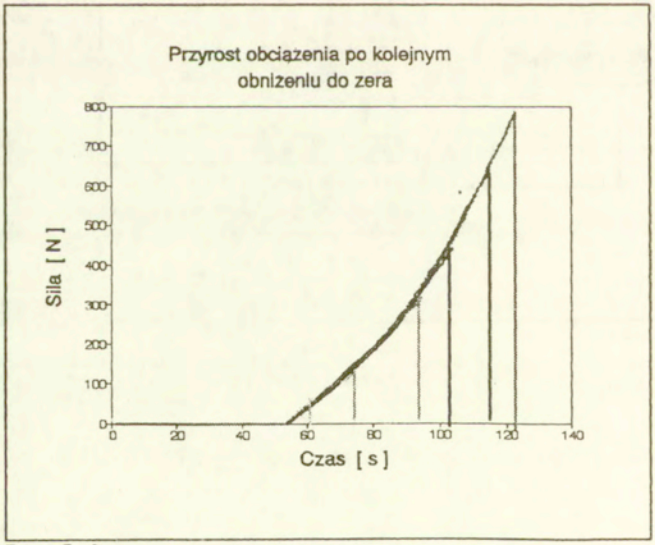


Rys. 5.1

http://rcin.org.pl

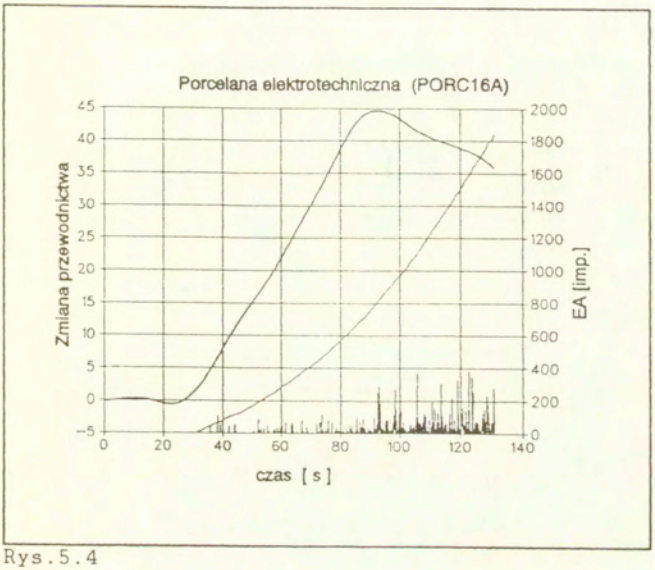


Rys.5.2

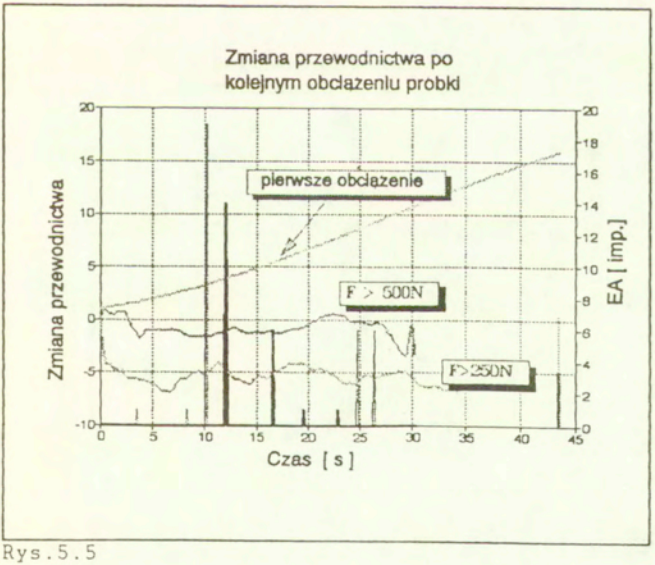


Rys.5.3

http://rcin.org.pl

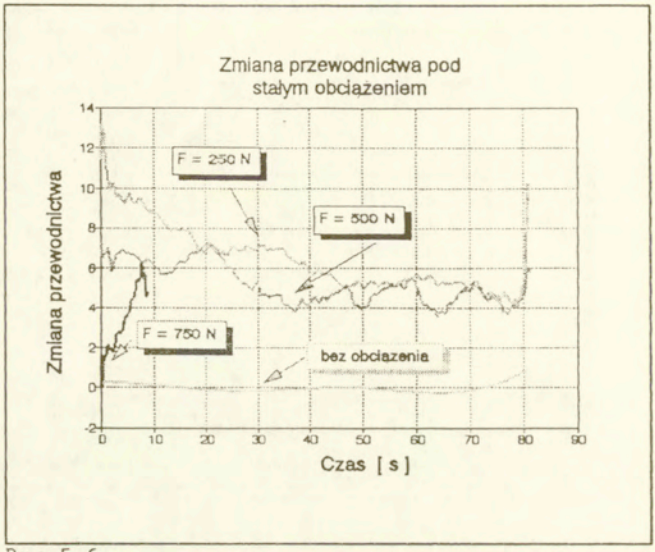


Rys.5.4

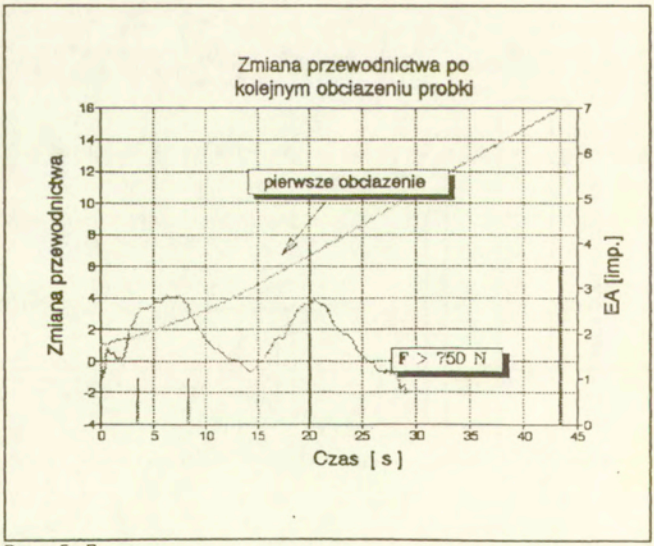


Rys.5.5

http://rcin.org.pl

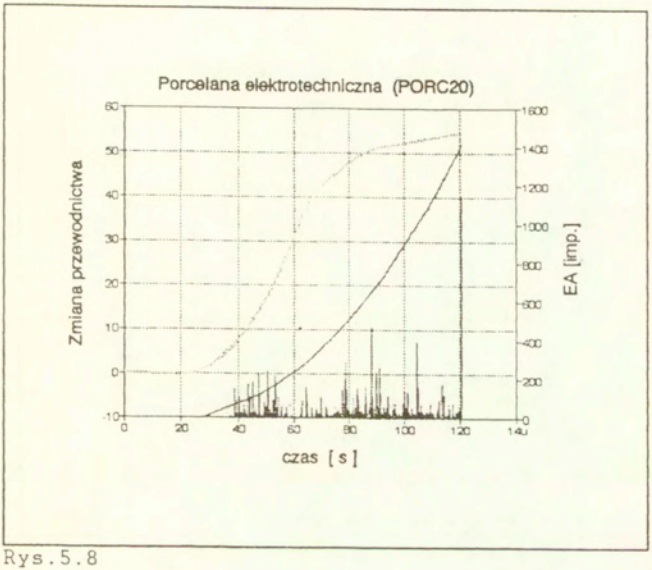


Rys.5.6

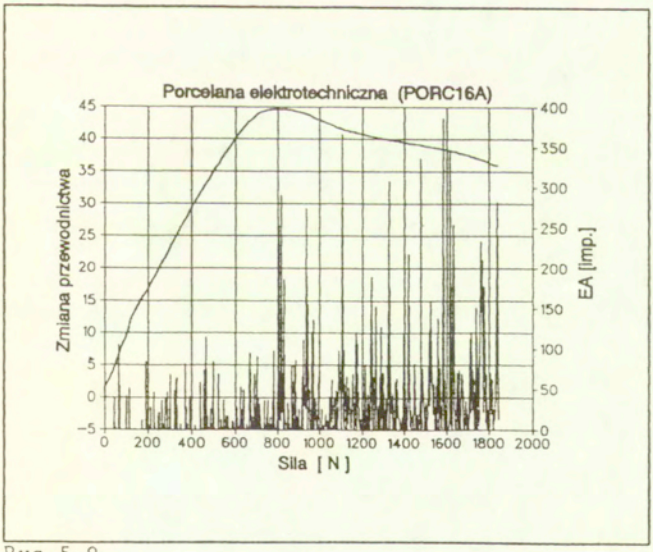


Rys.5.7

http://rcin.org.pl

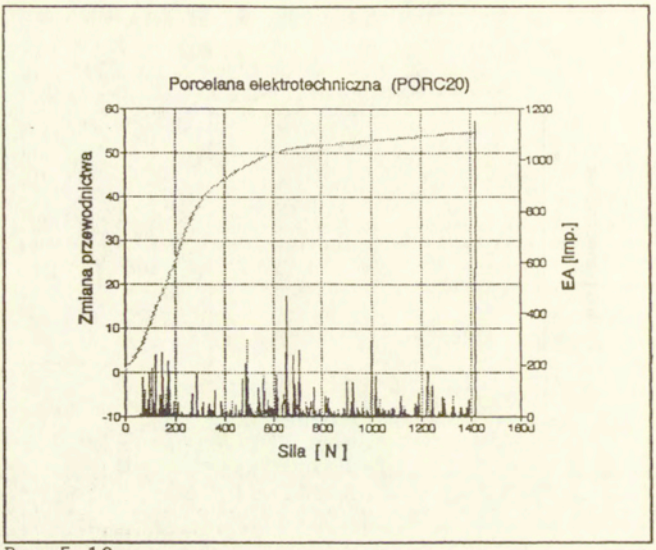


Rys.5.8



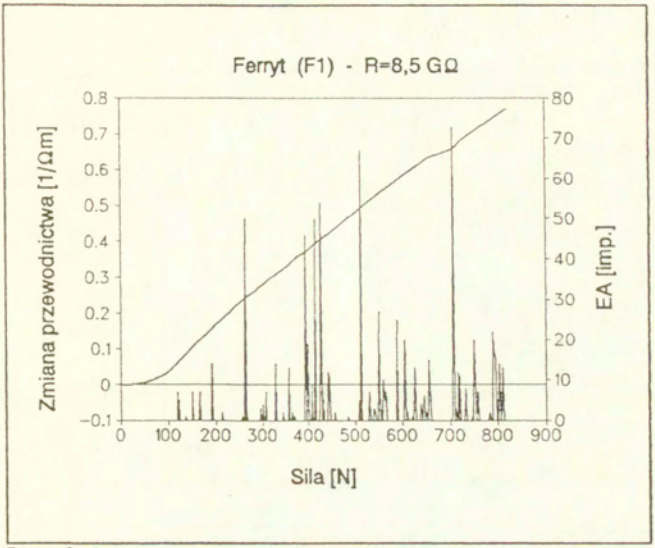
Rys.5.9

http://rcin.org.pl

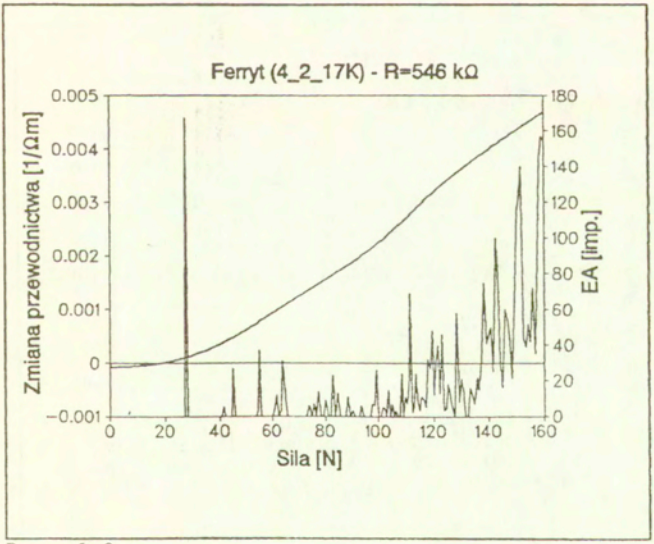


Rys.5.10

http://rcin.org.pl

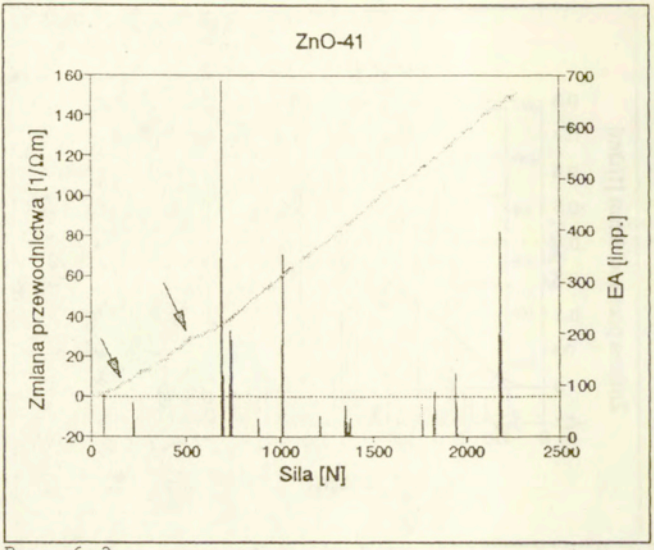


Rys.6.1

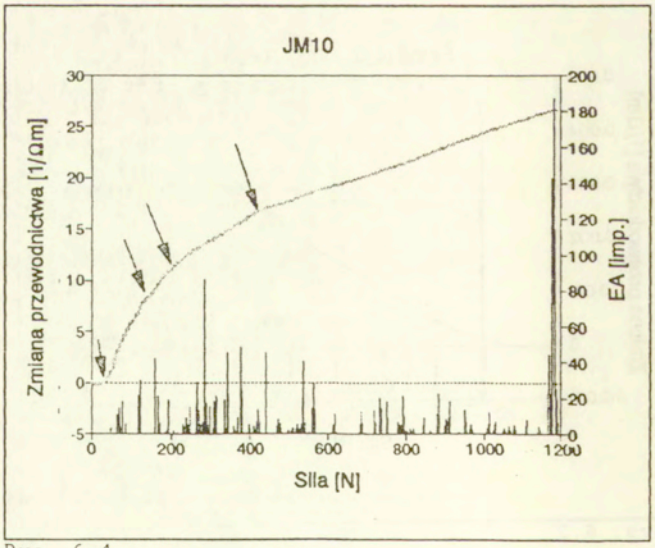


Rys. 6.2

http://rcin.org.pl

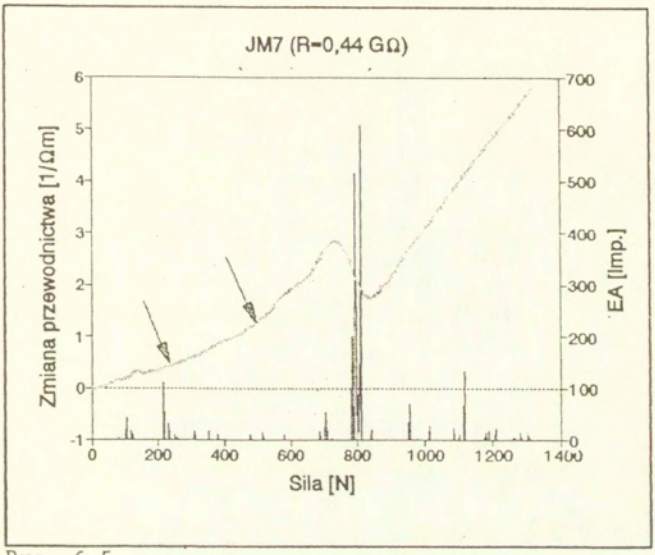


Rys. 6.3

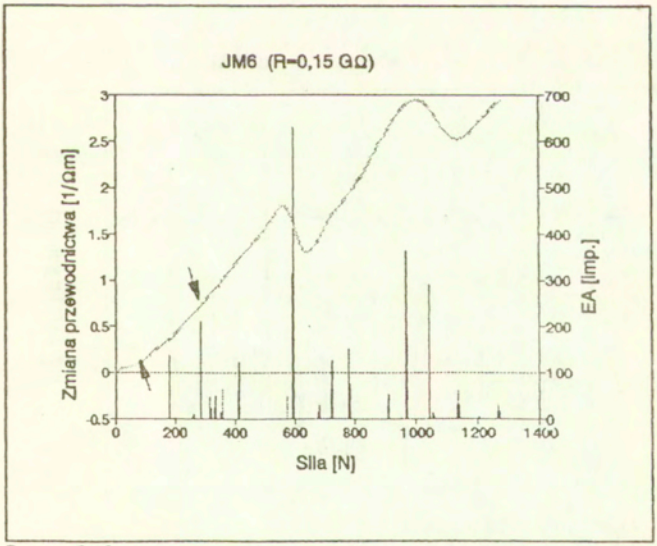


Rys. 6.4

http://rcin.org.pl

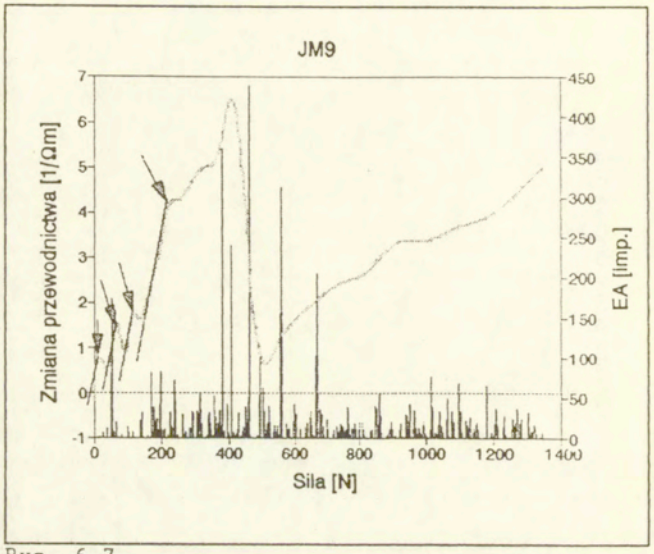


Rys. 6.5

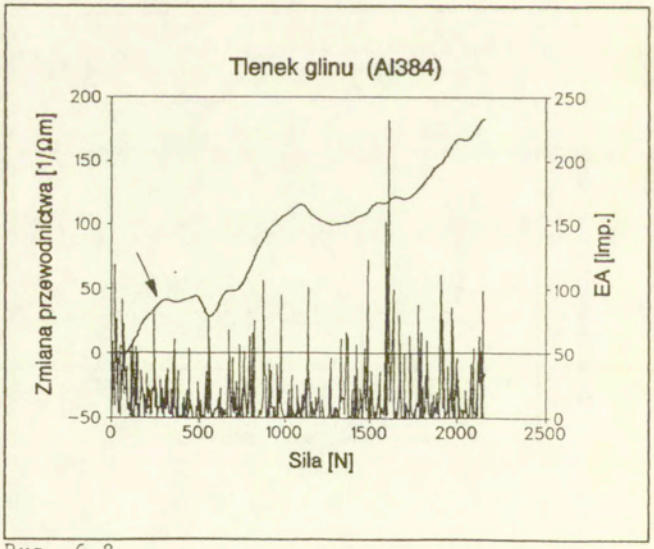


Rys. 6.6

http://rcin.org.pl

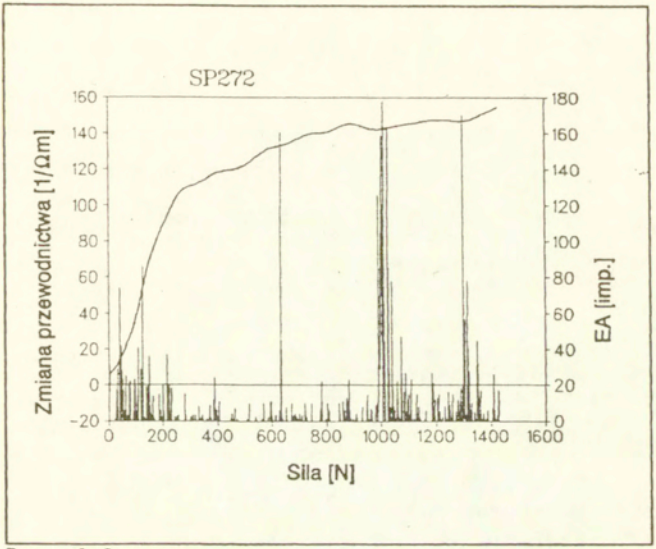


Rys. 6.7

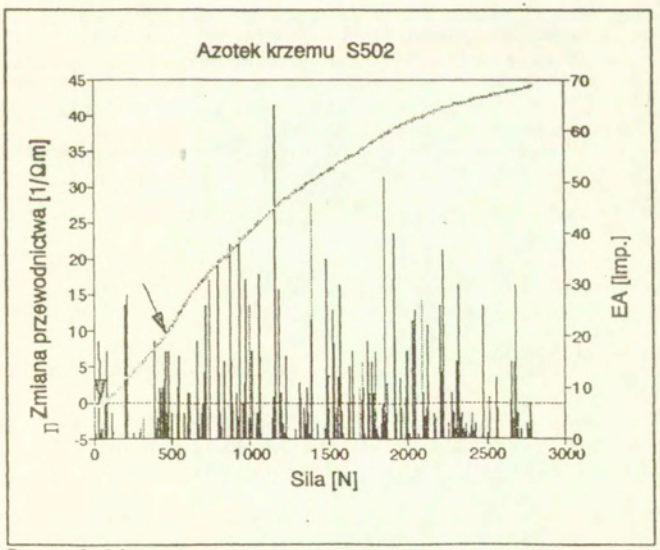


Rys. 6.8

http://rcin.org.pl



Rys. 6.9



Rys. 6.10

http://rcin.org.pl

SPIS TREŚCI

Wprowadzenie

1. Podstawy fizyczne oceny stanów naprężonych w materiałach ceramicznych
1.1. Opis jakościowy zjawisk zachodzących podczas zniszczenia próbki spowodowanego fluktuacjami cieplnymi
1.2. Zniszczenie zmęczeniowe
1.3. Stopień zniszczenia i statystyczny opis zniszczenia

2. Efekty akustyczne towarzyszące powstawaniu i wzrostowi pęknięć
2.1. Natura i źródła emisji akustycznej
2.2. Charakterystyki intensywności emisji akustycznej
2.3. Zastosowanie emisji akustycznej do oceny materiałów

3. Przewodnictwo elektryczne i polaryzacja dielektryków
3.1. Zjawiska polaryzacyjne
3.2. Przewodnictwo elektryczne i absorbcja
3.3. Zjawiska absorbcyjne w dielektrykach
3.4. Czasowa zależność prądu płynącego przez dielektryk podczas iniekcji i objętościowej generacji nośników

4. Prawidłowości pomiaru przewodnictwa elektrycznego podczas obciążania mechanicznego dielektryka
4.1. Zjawiska polaryzacyjne towarzyszące wzrostowi pęknięć
4.2. Promieniowanie elektromagnetyczne rosnącego pęknięcia
4.3. Przewodnictwo elektryczne dielektryków w początkowym stadium zniszczenia mechanicznego
4.4. Wpływ powstawania pęknięć na przewodnictwo elektryczne
4.5. Superpozycja dryfu defektów w polu elektrycznym i mechanicznym

5. Metodyka wykonania badań
5.1. Badane materiały
5.2. Opis aparatury doświadczalnej
5.2.1.Pomiar oporu elektrycznego próbek
5.2.2.Mechaniczne obciążanie próbek
5.3. Wybór właściwych parametrów

6. Dyskusja wyników
6.1. Prawidłowość pomiaru przewodnictwa elektrycznego i emisji akustycznej podczas obciążania mechanicznego
6.2. Opracowanie funkcji regresji wytrzymałości

Literatura

http://rcin.org.pl